Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

167. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 14 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 10. JUNI 1959)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1959

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 167 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Tertoolen, J. F. W., D. A. Detmar und C. Buijze, Die spektrophotometrische Bestimmung von kleinen Mengen Blei in Aluminium- und Kupferlegierungen, Eisen und Stahl und anderen Materialien 401

Ploum, H., Einfache Bürette für Tropfenvolumina im 10^{-3} ml-Bereich. Mit 1 Textabbildung 408

Rao, B. K. Sadananda, and G. S. Laddha, Rapid Estimation of Chlorate in Presence of Perchlorate 410

Specker, H., und E. Jackwerth, Verfahren zur Analyse extrahierter anorganischer Verbindungen. Anwendung der Jobschen Methode der kontinuierlichen Variation und konduktometrischer Titrationen. Mit 8 Textabbildungen 416

Schulek, E., K. Burger und M. Fehér, Verfahren zur Bestimmung von Ammoniak, von Cyaniden, Nitriten und Nitraten nebeneinander. Mit 3 Textabbildungen . . . 423

Den Boef, G., und A. Daalder, Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. III. Die Bestimmung von Antimon (III) 430

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Institut für analytische Chemie T.N.O., Rijswijk, Holland
(Direktor: Dr. G. J. van Kolmeschate)

Die spektrophotometrische Bestimmung von kleinen Mengen Blei in Aluminium- und Kupferlegierungen, Eisen und Stahl und anderen Materialien

Von

J. F. W. Tertoolen, D. A. Detmar und C. Buijze

(Eingegangen am 21. Januar 1959)

Wir suchten eine Methode für die Bestimmung von geringen Bleimengen (10—200 μg) in Kupferlegierungen, die möglichst allgemein anwendbar wäre.

Auf Grund der gewünschten Empfindlichkeit, der allgemeinen Anwendbarkeit und der Geschwindigkeit kommen fast nur die Polarographie und spektrophotometrische Methoden in Betracht. Wenn die Bestimmung im Laboratorium nur dann und wann stattfindet, ist ein polarographisches Verfahren zu umständlich, weil die Vorbereitung usw. zu viel Zeit in Anspruch nimmt. In einigen Fällen müssen außerdem noch ziemlich umständliche Vortrennungen stattfinden. Deshalb haben wir für unseren Zweck diese Arbeitsweise abgelehnt.

Von den spektrophotometrischen Methoden ist die Dithizonmethode eine der verbreitetsten. Sie verlangt aber eine sehr gründliche Vorbereitung, Reinigung von Glas und Chemikalien. Außerdem ist sie nur wenig spezifisch; eine Anzahl Schwermetalle stören sie. Deshalb müssen für die Bestimmung von kleinen Mengen Blei neben großen Mengen Schwermetallen (Kupfer) und Aluminium Vortrennungen stattfinden.

Ginsberg[3] hat eine indirekte spektrophotometrische Bleibestimmung in Reinaluminium und in Aluminiumlegierungen mittels Natriumdiäthyldithiocarbaminats (hier bezeichnet als Natrium-DDC) angegeben, die schnell und einfach arbeitet. Sie fußt auf einer Arbeit von Šedivec u. Vašák[5]. Wir haben versucht, sie auch für andere Legierungen und Materialien anwendbar zu machen, und haben dazu passende Änderungen vorgenommen.

Prinzip der Methode von Šedivec und Vašák

Aus einem geeigneten alkalischen, Tartrat und Cyanid enthaltenden Milieu wird nach Hinzugabe von Natrium-DDC durch Ausziehen mit Tetrachlorkohlenstoff der farblose Blei-DDC-Komplex herausgelöst und die organische Schicht durch Schütteln mit einer Kupfersulfatlösung

quantitativ in eine äquivalente Menge des braungefärbten Kupfer-DDC-Komplexes umgewandelt. Die an dieser Lösung gemessene Extinktion ist ein Maß für die in der ursprünglichen Lösung anwesende Bleimenge. Nach Šedivec u. Vašák ist diese Arbeitsweise für Blei, Wismut und Thallium spezifisch. Thallium ist bisher aber als Bestandteil von Legierungen nicht zu erwarten.

Unsere Versuche hatten den Zweck, die für Aluminiumlegierungen beschriebene Fassung von Ginsberg nachzuprüfen, und sie, wenn möglich für eine Bleibestimmung in Kupferlegierungen usw. abzuändern. Außerdem sollte festgestellt werden, ob eine Trennung von Wismut mit Diäthyldiammoniumdiäthyldithiocarbaminat[6] in diesen Fällen möglich ist.

Das Reagens, eine wäßrige Lösung von Natrium-DDC, wird nach Bode[1] bei p_H-Werten unter 6 zersetzt nach

$$\begin{matrix} R \\ R \end{matrix}\!>\!N\!-\!C\!-\!S\!-\!Na + H^+ \rightarrow \begin{matrix} R \\ R \end{matrix}\!>\!NH + CS_2 + Na^+ .$$

Die Halbwertszeit der Zersetzung nimmt von etwa 0,3 sec bei p_H 2,0 über 51 min bei p_H 6,0 zu auf 35 Tage bei p_H 9,0. Deshalb muß bei p_H-Werten über 6 gearbeitet werden.

Die Löslichkeit von Natrium-DDC in Tetrachlorkohlenstoff ist unter p_H 8 nicht zu vernachlässigen, und würde nach der Umsetzung mit Kupfersalz einen zu hohen Bleiwert vortäuschen. Beim Extrahieren bei p_H über 11 aber wird kein Natrium-DDC extrahiert. Wir arbeiten bei p_H 12, wo sich der Blei-DDC-Komplex noch gut ausziehen läßt, aber der Antimon(III)-DDC-Komplex nicht mehr (über 11,5). Außer Blei werden dann nur noch Thallium, Cadmium und Wismut ausgezogen. Cadmium wird in Anwesenheit von Kaliumcyanid bei p_H 12 nicht extrahiert.

Wenn *Wismut anwesend* ist, wird man gewarnt, weil in diesem Falle bei der ersten Extraktion die organische Lösung gelb statt farblos ist.

Strafford, Wyatt u. Kershaw[6] empfehlen, das Wismut aus einer salzsauren Lösung mit einer Chloroformlösung von Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbaminat (hier als DADDC bezeichnet) zu extrahieren und in der Weise von Blei zu trennen.

Wird nach Alkalischmachen das Blei ausgezogen, so finden wir zu niedrige Werte.

Die Bleibestimmung wird aber nicht gestört, wenn man die Diäthylammonium-diäthylcarbaminatlösung in Chloroform vorher durch Schütteln mit 6 n Salzsäure reinigt; die gereinigte Reagenslösung bleibt 1 Tag lang stabil, wenn man sie in einer braunen Flasche aufbewahrt.

Da die *Kupfer-DDC-Verbindung* am Licht nicht beständig ist[4], arbeiten wir in umwickelten Scheidetrichtern und Meßkolben, soweit diese als Behälter der organischen Kupfer-DDC-Lösung gebraucht werden.

Die *Blei-DDC-Verbindung* ist im hellen Tageslicht nach $^1/_2$ Std vollständig zersetzt. Das Umwickeln der Scheidetrichter usw. reicht auch hier aus, um dieser Erscheinung vorzubeugen. *Das Absorptionsspektrum des Kupfer-DDC-Komplexes in Tetrachlorkohlenstoff* zeigt ein Maximum bei ungefähr 435 mμ (GINSBERG[3], OVENSTON[4]).

Einfluß von Fremdionen. Zahlreiche Analysen, die wir ausgeführt haben, zeigen, daß die in Aluminium-, Kupfer- und Eisenlegierungen vorkommenden Legierungsbestandteile die Genauigkeit der Bleibestimmung in keiner Weise beeinträchtigen (vgl. S. 406). Wir haben zusätzlich noch auf etwaige Störungen durch Selen, Tellur, Silber, Quecksilber und Cadmium geprüft, die je in Mengen von 20 mg neben 20 μg Blei angewendet worden sind. Beim Arbeiten nach der Kupfervorschrift wurden 19 bzw. 20 μg Pb wiedergefunden. Auch diese Elemente stören also nicht. Allgemein kann man feststellen, daß diejenigen Elemente, die unter den gegebenen Arbeitsbedingungen nach BODE[1,2] nicht extrahiert werden, keinen Fehler verursachen.

Arbeitsvorschriften

Reagentien

Diäthyldithiocarbaminatlösung, 10 g/l: Man löst 1000 mg Natriumdiäthyldithiocarbaminat in 100 ml Wasser, filtriert, wenn nötig, und bewahrt die Lösung in einer braunen Flasche auf. Die Lösung ist etwa $^1/_2$ Woche haltbar.

Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminatlösung, 30 g/l: 3 g Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbaminat werden in 100 ml Chloroform gelöst, die Lösung wird 5 min lang mit 20 ml 6 n Salzsäure geschüttelt. Diese Lösung in Chloroform ist, wenn sie im Dunkeln aufbewahrt wird, einen Tag haltbar.

Bleistammlösung, 10 μg Pb/ml: 0,1598 g Bleinitrat p.a. (bei 105° C getrocknet), oder 0,1000 g spektralreines Blei werden eingewogen, das Blei wird in 10 ml 7 n Salpetersäure gelöst. Die Lösungen werden auf 1 l verdünnt (1 ml ≅ 100 μg Blei). Unmittelbar vor dem Gebrauch verdünnt man mit 0,01 n Salpetersäure auf das 10fache Volumen. Diese Bleistammlösung ist nur kurze Zeit haltbar.

Alle verwendeten Chemikalien sind von reinster, soweit möglich von p.a. Qualität. Im Falle Bleispuren als Verunreinigung in Chemikalien oder Metallsalzlösungen vorliegen, werden sie durch Ausschütteln entfernt. Vorher ist sicherzustellen, daß bei dieser Bearbeitung nur Blei entfernt wird.

Bestimmung von Blei in Aluminiumlegierungen, die kein Thallium enthalten

Auf Grund der Literatur kann man in diesen Legierungen neben 1 g Blei höchstens etwa 140 mg Silicium, 80 mg Zink, 40 mg Nickel, 20 mg Eisen, 10 mg Titan, 10 mg Zinn, 120 mg Magnesium, 20 mg Mangan und 1 mg Wismut erwarten; mit diesen Mengen ist gerechnet worden.

Einige Aluminiumlegierungen lösen sich nach der Ginsbergschen Methode in 25%iger Natronlauge nicht vollkommen. In diesem Fall wird der Aufschluß mit Salpetersäure weitergeführt und die Lösung

danach wieder alkalisiert. Die Schwierigkeit einer möglicherweise dabei auftretenden Mangandioxydbildung vermeidet man durch Versetzen der salpetersauren Lösung mit Natriumkaliumtartrat, bevor man sie alkalisch macht.

In Anwesenheit von je etwa 100 mg Silicium und Magnesium tritt eine Trübung auf, die aber die Bestimmung des Bleis nicht beeinflußt.

Ein Zusatz von Citronensäure neben Tartrat hilft größere Mengen von einigen Metallen zu binden als ein Zusatz von Tartrat allein.

Eine oft auftretende rötliche Färbung der alkalischen Lösung wird durch einen Zusatz von Bromwasser beseitigt.

Ausführung. Man wägt bei einem Gehalt über 0,01% Blei 200 mg, bei einem Gehalt zwischen 0,01 und 0,001% Blei 1 g der Probe ein und übergießt mit 10 ml bzw. 15 ml Natronlauge (250 g/l). Die Probe soll sich dabei bis auf einige winzige schwarze Stückchen lösen. Man neutralisiert mit 7 n Salpetersäure, setzt 6 ml davon im Überschuß zu und erhitzt, bis sich alles gelöst hat; es darf höchstens eine Trübung bleiben, falls die Probe Silicium und/oder Magnesium enthält.

Die Lösung der 200 mg-Einwaage versetzt man mit 30 ml Kaliumnatriumtartratlösung (200 g/l) und 20 ml Natriumcitratlösung (100 g/l). Die Lösung der 1 g-Einwaage füllt man im 100 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke auf und entnimmt eine 20—200 μg Blei enthaltende Menge, die man in einem 250 ml-Becherglas mit 5 ml Kaliumnatriumtartratlösung versetzt.

Die Lösungen werden mit Natronlauge neutralisiert, mit 10 ml Lauge im Überschuß versetzt und bis zum möglichsten Klarwerden vorsichtig erwärmt. Man oxydiert mit 10 ml gesättigtem Bromwasser, setzt 10 ml Kaliumcyanidlösung (200 g/l) hinzu und überführt in einen umwickelten Scheidetrichter mit kurzem Stiel. Nach Zugabe von 7,5 ml DDC-Lösung (siehe oben) und 10 ml Tetrachlorkohlenstoff wird geschüttelt, das Trichterrohr dann mit einem Streifen Filtrierpapier getrocknet und der farblose Extrakt durch einen in einem Trichter befindlichen Wattebausch in einen umwickelten 100 ml-Scheidetrichter mit kurzem Stiel filtriert. Die wäßrige Schicht wird noch einmal mit 5 ml Tetrachlorkohlenstoff geschüttelt, der Extrakt wird wie angegeben weiterbehandelt. Man versetzt die vereinigten Extrakte mit 2 ml Kupfersulfatlösung (50 g/l), schüttelt 3 min, trocknet den Stiel des Scheidetrichters wie angegeben und läßt den gelbbraunen Auszug in ein umwickeltes 25 ml-Meßkölbchen ab. Die wäßrige Phase wird noch einmal mit 2 ml Tetrachlorkohlenstoff extrahiert und die organische Schicht in dasselbe Kölbchen abgelassen. Man füllt mit Tetrachlorkohlenstoff bis zur Marke auf, filtriert durch einen Wattebausch und mißt die Extinktion des Filtrates bei 435 mμ gegen Tetrachlorkohlenstoff.

Gleichzeitig wird eine Blindwertbestimmung mit allen gebrauchten Reagentien durchgeführt.

Enthält die Legierung Wismut, so versetzt man die cyanidhaltige Metallösung nach dem Überführen in den Scheidetrichter mit 20 ml DDC-Lösung, schüttelt die Mischung mit Portionen von je 15 ml Tetrachlorkohlenstoff so lange aus, bis die organische Flüssigkeit fast farblos abläuft, und schließt dann noch eine je einmalige Ausschüttelung mit 10 ml bzw. 5 ml Tetrachlorkohlenstoff an. Die in einem 250 ml-Scheidetrichter vereinigten Auszüge werden mit 5 ml 12 n Salzsäure versetzt und 3 min geschüttelt. Nach Entfernen der organischen Schicht versetzt man die salzsaure Lösung mit 5 ml Wasser, schüttelt sie so oft mit Portionen von je 5 ml Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminatlösung (siehe oben), bis der Auszug farblos erscheint, und wiederholt das Ausschütteln noch 3 mal mit je 5 ml des

Reagenses. Die wäßrige Schicht wird mit kleinen Mengen Natronlauge (insgesamt 15 ml) versetzt, wobei der p_H-Wert über 10 ansteigt. Dann gibt man 2 ml DDC-Lösung und 10 ml Tetrachlorkohlenstoff zu, schüttelt das Blei-DDC aus und behandelt den farblosen Extrakt mit einer Kupfersulfatlösung wie oben.

Zur Aufstellung der Eichkurve gibt man in 250 ml-Bechergläser 0, 4, 8, 12 u. 20 ml der Bleistammlösung (S. 403), fügt nacheinander 5 ml Kaliumnatriumtartratlösung, 5 ml Natronlauge und 10 ml Kaliumcyanidlösung zu und behandelt jede Lösung in einem umwickelten Scheidetrichter von 250 ml wie oben.

Arbeitsvorschrift für die photometrische Bestimmung von Blei in Kupfer und Kupferlegierungen, welche kein Thallium enthalten

Bei einem Gehalt über 0,01% Blei löst man 200 mg Probe in 8 ml 7 n Salpetersäure oder, wenn Zinn zugegen ist, in 5 Tropfen 12 n Salzsäure und 8 ml 7 n Salpetersäure. Die Lösung wird in einem 100 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Man entnimmt eine Menge, die zwischen 20 und 200 μg Blei enthält, versetzt mit 5 ml Kaliumnatriumtartratlösung und 5 ml Natriumcitratlösung, neutralisiert mit Natronlauge, gibt davon 5 ml im Überschuß zu und erwärmt bis eine etwaige Fällung sich löst.

Nach dem Abkühlen setzt man 10 ml Kaliumcyanidlösung zu, überführt in einen Scheidetrichter und verfährt weiter nach S. 404.

Bei einem Gehalt zwischen 0,01 und 0,001% Blei wägt man 2 g Probe ein, löst in 20 ml 7 n Salpetersäure oder, wenn Zinn zugegen ist, in 3 ml 12 n Salzsäure und 20 ml 7 n Salpetersäure, fügt 15 ml Kaliumnatriumtartratlösung und 40 ml Natriumcitratlösung hinzu, neutralisiert mit Natronlauge und arbeitet weiter wie oben.

Enthält die Legierung Wismut, so wird die cyanidhaltige Lösung behandelt wie S. 404 angegeben.

Arbeitsvorschrift für die photometrische Bestimmung von Blei (Pb > 0,01%) in Eisen und Stahl

Die Menge Eisen darf in der angegebenen allgemeinen Arbeitsweise 100 mg nicht überschreiten: Die Tetrachlorkohlenstofflösung ist in Gegenwart von Eisen(III) gelb gefärbt, wenn auch noch bestimmte andere Metalle (z. B. Titan) vorliegen. Liegt das Eisen in der zweiwertigen Form vor, so wird der Tetra-Auszug in allen Fällen orangegelb.

Die Methode ist nicht anwendbar, wenn Thallium und Wismut anwesend sind.

Man löst 200 mg Probe in 8 ml 7 n Salpetersäure und verdünnt die Lösung in einem Meßkolben auf 100 ml. Davon wird eine Menge abpipettiert, die höchstens 100 mg Eisen und zwischen 10 und 100 μg Blei enthält. Diese Lösung wird in einem umwickelten 250 ml-Scheidetrichter mit 5 ml Kaliumnatriumtartratlösung, 5 ml Natronlauge und 10 ml Kaliumcyanidlösung versetzt, ausgeschüttelt und wie oben weiterbehandelt.

Bemerkung. Enthält die Legierung Molybdän oder/und Wolfram, so läßt man die Lösung nach dem Zufügen von DDC-Lösung und nach dem Durchschütteln $^1/_2$ Std stehen, bevor man mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Vermutlich reagiert Blei mit DDC in Gegenwart von Wolfram und Molybdän langsamer als in deren Abwesenheit.

Sonstige Materialien

Für die Bestimmung von *Blei in Aschen* muß man aus den gegebenen Arbeitsvorschriften, je nach der Zusammensetzung der Asche die geeignete auswählen. Die Bestimmung kann dann auch in Gegenwart von Nitrat- und Perchlorationen und in Lösungen, welche Sulfaminsäure enthalten, ohne Schwierigkeiten ausgeführt werden *(Kupfer-Blei-Elektrolysate)*.

Beleganalysen

An synthetischen Gemischen wurden die in Tab. 1 angegebenen Resultate erreicht.

Tabelle 1

Legierungsbestandteile	Vorgelegte Bleimenge µg	Gefundene Bleimenge µg
Aluminiumlegierungen		
Keine	19	19; 19
1 g Al; 80 mg Zn; 40 mg Ni; 20 mg Fe; 10 mg Ti; 10 mg Sn; 10 mg Cr; 120 mg Mg; 140 mg Si; 20 mg Mn	19 (≃0,0015%)	19; 20
dasselbe und 1 mg Bi	19	19; 18
Kupferlegierungen		
Keine	19	19; 20
1 g Cu; 1 g Zn; 400 mg Sn; 100 mg Fe; 100 mg Mn; 250 mg Al; 100 mg Ni; 20 mg P; 20 mg As; 20 mg Sb; 2 mg S	23	24; 23 21; 24 24
dasselbe und 1 mg Bi	19	19
Eisenlegierung		
100 mg Fe; 14 mg Ti; 14 mg V; 14 mg Mo; 14 mg W	10	10; 10

In Tab. 2 sind die Analysenergebnisse einiger B.C.S.-Legierungen zusammengestellt.

Die Zahlen der Tab. 1 u. 2 zeigen, daß das Bleibestimmungsverfahren in allen Fällen sehr gute Werte liefert und daß die praktisch vorkommenden Legierungsbestandteile die Analysengenauigkeit in keiner Weise beeinträchtigen.

Wenn man für die *Bestimmung des Bleis in Eisenlegierungen* die Einwaage klein hält, so kann man allerdings beträchtliche Meßfehler erhalten.

Tabelle 2

	Enthält nach Zertifikat %	Gefundene Menge Blei nach den angegebenen Methoden %
B.C.S. 179	Pb 0,78; Cu 58,8; Zn 33,9; Mn 1,03; Fe 0,91 Al 1,62 Sn 1,75; As 0,03 Ni 1,01; Sb 0,05; P 0,06	0,74 0,77 0,75 0,74 0,77 0,74 0,76 Im Mittel 0,75
B.C.S. 183	Pb 1,83[1]; Cu 85,6; Zn 1,84; Fe 0,06; Sn 9,70; As 0,06; Ni 0,03; Sb 0,24 P 0,25	1,83 1,88 1,80 Im Mittel 1,84
B.C.S. 207	Pb 0,41[2]; Cu 86,8; Zn 2,53; Fe 0,06; Sn 9,8; As 0,05; Ni 0,09; Sb 0,04; P 0,055; S 0,055;	0,44 0,44 0,43 0,43 Im Mittel 0,43

[1] Nach dem Zertifikat gefundene Werte zwischen 1,654 und 1,95%.
[2] Nach dem Zertifikat gefundene Werte zwischen 0,39 und 0,41%.

Die Extinktion im Coleman jr.-Apparat beträgt für 10 μg Blei etwa 0,025 (1,5 cm-Küvette) (bei einer 100 mg Einwaage sind 10 μg Blei 0,01%!).

Zusammenfassung

Es werden einige weitere Anwendungen der von Šedivec und Vašák beschriebenen und von Ginsberg für die Bleibestimmung in Aluminium empfohlenen Analysenmethode angegeben. Aus einer cyanid-, tartrat- und citrathaltigen Lösung wird das Blei als farbloser Blei-Diäthyldithiocarbaminatkomplex ausgezogen und mit Kupfersulfatlösung zum braunen Kupfer-DDC-Komplex umgesetzt. Die Methode ist auf Kupfer- und Aluminiumlegierungen (0,001—2% enthaltend) und auf Eisen und Stahl (0,01—2%), wenigstens für die heutzutage darin anwesenden Bleimengen, und auf Aschen und Destruktionsrückstände anwendbar.

Die Abtrennung von Wismut mittels Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminat wird beschrieben.

Literatur

[1] BODE, H.: diese Z. **142**, 414 (1954). — [2] BODE, H.: diese Z. **143**, 182 (1954). — [3] GINSBERG, N.: Leichtmetallanalyse, 3. Aufl., S. 76, 150. Berlin 1955. — [4] OVENSTON, T. C. J., u. C. A. PARKER: Anal. chim. Acta **4**, 135 (1950); vgl. diese Z. **134**, 204 (1951/52). — [5] ŠEDIVEC, V., u. V. VAŠÁK: Chem. Listy **46**, 607 (1952); vgl. diese Z. **141**, 145 (1954). — [6] STRAFFORD, N., P. F. WYATT u. F. C. KERSHAW: Analyst **70**, 232 (1945); **78**, 624 (1953); vgl. diese Z. **149**, 205 (1956).

Direktor Dr. G. J. VAN KOLMESCHATE, Institut für analytische Chemie T. N. O., Rijswijk, Lange Kleiweg 5 (Holland)

Aus dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf

Einfache Bürette für Tropfenvolumina im 10^{-3} ml-Bereich

Von

HEINRICH PLOUM

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 23. Januar 1959)

Wenn kurz vor dem Ende einer Titration die Maßflüssigkeit tropfenweise zugesetzt wird, ist es vielfach schwierig, den Hahn, besonders bei erneutem Öffnen, so einzustellen, daß man eine günstige Tropfengröße bzw. Tropfenfolge trifft.

Um diesem Übelstand aus dem Weg zu gehen, wurde eine Mikrobürette kurz oberhalb ihres Ablaßhahns mit zwei Wegen mit je einem Hahn versehen (Abb. 1). Die Rohre unterhalb des kalibrierten Teils sowie das Füllrohr sind Capillaren von 1—2 mm lichter Weite. Hierdurch wird vermieden, daß Luftblasen in den Rohren stehen bleiben.

Hat man die Bürette bis in die Spitze des Hahns 1 gefüllt, so werden die Hähne 2 und 3 geschlossen. Ein tropfenweises Austreten der Lösung mit der gewünschten Geschwindigkeit stellt man dann so ein, daß man den Hahn 1 vollständig öffnet und anschließend die beabsichtigte Tropfenfolge mit dem Hahn 3 regelt. Hat man den Meniskus der Lösung im kalibrierten Teil auf Null gebracht, so wird der Hahn 1 geschlossen und der Hahn 2 vollständig geöffnet.

Für die Durchführung einer Titration öffnet man wie üblich den Hahn 1, worauf die Maßflüssigkeit den Weg über beide Zweige nimmt. Ist die Titration so weit fortgeschritten, daß man die Lösung in Tropfen zusetzt, so wird der Hahn 2 geschlossen, und der mit dem Hahn 3 eingestellte Durchlaß ist allein offen. Bei Beenden der Titration schließt man den Hahn 1. Sollte das jedoch bereits vor dem Erreichen des Endpunkts geschehen sein, so kann man ihn ohne besondere Vorsicht jeweils wieder ganz öffnen und je nach Bedarf einen oder mehrere Tropfen austreten lassen. Wenn die zu bestimmende Menge nur einige Tropfen Maßflüssigkeit erfordert, so hält man den Hahn 2 geschlossen und führt die Titration lediglich über den eingestellten Hahn 3 durch.

Bei den gebräuchlichen Mikrobüretten liegt das Tropfenvolum zwischen 0,02 und 0,04 ml. Im vorliegenden Fall entsprach ein Tropfen $0{,}03_1$ ml.

Um jedoch wesentlich kleinere Tropfen zu erhalten, wurde dem Auslauf des Ablaßhahns 1 eine äußerst feine Capillare aus Polyäthylen aufgesetzt. Die beabsichtigte Wirkung wird durch das wasserabweisende Verhalten des Polyäthylens erhöht. (In Abb. 1 ist diese Capillare wegen ihrer Feinheit nicht gezeichnet.) Derartige Capillaren von sehr geringem inneren Durchmesser stellt man her, indem man ein starkwandiges Polyäthylenrohr von etwa 5 mm äußerem Durchmesser über einer Flamme erwärmt und wie ein Glasrohr auszieht. Sie werden an der geeigneten Stelle durchgeschnitten und haben meist eine Länge zwischen 20 und 40 mm. Die für die Versuche verwendete Capillare war knapp 40 mm lang; ihr Querschnitt auf der Seite des Flüssigkeitsaustritts wurde mikroskopisch zu $0{,}03_1$ mm² ermittelt. Beim Auslaufen von 1 ml 0,01 n Kaliumbromatlösung wurden im Mittel 201 Tr. gezählt, das heißt ein Tropfen entsprach rd. 0,005 ml.

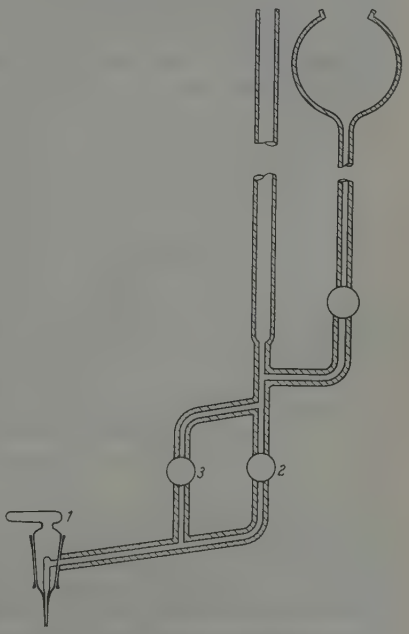

Abb. 1. Bürette mit zwei Wegen

Ließ man die Capillare in das Titriergefäß hineinragen und hängte man einen mit Äther getränkten Wattebausch an einem Haken in den oberen Teil des Glases, so daß der Raum über der Flüssigkeit sich mit Ätherdampf erfüllte, so wurde infolge der Ätheraufnahme durch den Tropfen dessen Oberflächenspannung stark erniedrigt, und er riß früher ab als vorher. Die Tropfenzahl erhöhte sich von 201 auf 346, d. h. ein Tropfen entsprach $0{,}002_9$ ml; die Tropfenzahl ist abhängig von der Konzentration des Ätherdampfs in der Umgebung der Capillare.

Bei der potentiometrischen Titration von arseniger Säure, entsprechend 0,4 mg Arsen, mit 0,01 n Kaliumbromatlösung wurden unter Anwendung einer 5 ml fassenden Bürette, die 0,01 ml abzulesen erlaubte, $1{,}03_5$; $1{,}03_8$; $1{,}03_2$ ml Lösung verbraucht; bei Anwesenheit von Ätherdampf waren $1{,}03_2$; $1{,}03_0$; $1{,}03_9$ ml erforderlich. Im vorliegenden Fall ist der Äther ohne Einfluß auf die potentiometrische Titration.

Außerdem wurden Ablesungen an einer Bürette von 0,2 ml Inhalt und einer Einteilung von 0,001 ml gemacht; bei Gebrauch einer Lupe konnte die Größenordnung 10^{-4} ml geschätzt werden. Alle Zahlenangaben gelten für 20° C.

Die Schliffe der Hähne waren mit Siliconfett gedichtet.

Die Möglichkeit, die Austrittsgeschwindigkeit der Lösung vor dem Titrieren mit dem Hahn 3 einzustellen, erlaubt selbstverständlich, einmal dem Titranden Bruchteile eines Tropfenvolumens mit dem Glasstab zuzuführen und zum anderen die Titration gegebenenfalls mit eintauchender Capillarenspitze vorzunehmen.

Dr. H. Ploum, Max-Planck-Institut für Eisenforschung,
Düsseldorf, August-Thyssen-Str. 1

Alagappa Chettiar College of Technology,
University of Madras, Guindy, Madras-25 (India)

Rapid Estimation of Chlorate in Presence of Perchlorate

By
B. K. Sadananda Rao and G. S. Laddha

(Received January 26, 1959)

Introduction

Potassium perchlorate is manufactured by the electrolytic oxidation of a solution of sodium chlorate followed by double decomposition with potassium chloride. In the perchlorate industry analytical control tests for chlorate are required at various stages of the process. The chlorate has to be determined in presence of a large excess of perchlorate.

A number of procedures for the determination of chlorates in presence of perchlorates is reported in the literature. Vogels[11] states that chlorates can be determined in the presence of perchlorates, by reduction with arsenious acid in acid medium using osmium tetroxide as catalyst, neutralisation with sodium bicarbonate and titration of the excess arsenious acid with standard iodine. Ishibashi and Harada[5] reduce the chlorate with an excess of Mohr's salt and titrate the excess ferrous with ceric sulphate. Haight[3] adds an excess of stannous chloride to the chlorate-perchlorate mixture acidified with sulphuric acid and titrates the excess stannous with permanganate. He uses the same stannous solution for determination of perchlorate also, carrying out the reaction at an elevated temperature using ammonium molybdate as a catalyst. Smith and Veraguth[9] use excess of either sodium arsenite or ferrous sulphate for reduction, in the cold, of chlorate in presence of perchlorate. They use

osmic acid as catalyst, recommend a reaction time of 15—20 min, and titrate the excess reagent against ceric sulphate, using ferroin as indicator. All these methods are time-consuming since they involve the back-titration of the excess reductant after slow reaction with the chlorate.

Principle of the Method

The principle underlying the present investigation is the direct titration of the acidified solution of the chlorate-perchlorate mixture against titanous chloride in the presence of sodium bromide using quinoline yellow as the internal indicator. Only the chlorate reacts with the titanous chloride which is without action on perchlorate in the cold. The titanous chloride reacts with chlorate in two stages:

$$10\ TiCl_3 + 2\ HClO_3 + 10\ HCl = 10\ TiCl_4 + 6\ H_2O + Cl_2$$
$$2\ TiCl_3 + Cl_2 = 2\ TiCl_4$$

Hendrixson[4] and Tomiček[10] have investigated this titration electrometrically.

Quinoline yellow first introduced by Sinn[8], has been investigated as an indicator by Belcher[1]. Quinoline yellow is irreversibly bleached by chlorine. Small amounts of bromine bleach it reversibly whereas excess bromine destroys the indicator irreversibly. It is found feasible to use quinoline yellow as the indicator in the above mentioned reaction, if sodium bromide is added to convert the chlorine system to the bromine system and the indicator is added near the end point.

Method

Reagents

Titanous Chloride. Approximately 0.1 N titanous chloride is prepared in 1 N hydrochloric acid and stored in an apparatus illustrated by Scott[7]. 120 ml of 13% titanous chloride solution (suitable for analysis) and 90 ml of conc. hydrochloric acid are used per litre. The precautions outlined by English[2] are observed in the preparation and storage of the solution.

Ferric Ammonium Sulphate, A. R. 0.1 N. For each litre of solution 48 g of ferric alum and 50 ml of 1 : 1 sulphuric acid are used.

Sodium Perchlorate, lab. reagent. 342 g are dissolved in water and diluted to a litre.

Ceric Sulphate, technical, 0.04 N. 50 g of ceric sulphate and 60 ml of 1 : 1 sulphuric acid are used per litre and the solution filtered.

Other Reagents. Ammonium Thiocyanate, pure, Merck, 10% aqueous solution; *Sodium Chlorate*, pure, Merck, 0.05 N solution. 0.9 g per litre; *Quinoline Yellow*, 0.2% aqueous solution; *Sodium Bromide*, C. P., 1% aqueous solution; *Hydrochloric Acid*, A. R., 1 : 1; *Potassium Bromate*, A. R., 0.1 N solution.

Recommended Procedure

Pipette an aliquot portion of the solution containing chlorate and perchlorate into a 750 ml conical flask. Acidify with 10—20 ml of 1 : 1 hydrochloric acid or 1 : 1 sulphuric acid and add 20 ml of sodium bromide solution. Dilute to about 300 ml

with distilled water and add a pinch of bicarbonate to replace the air inside the flask with carbon dioxide. Titrate immediately against titanous chloride. Run in the titanous chloride quickly until the reaction is almost complete. The solution becomes yellow because of the formation of bromine and the colour fades as the end point is being approached. Add exactly 1 ml of indicator solution about 0.5 ml before the end point. The indicator is bleached immediately after its addition. The titration is continued slowly, each successive drop being added after the lapse of a few seconds. At the equivalence point the yellow colour of quinoline yellow returns. The colour change is quite sharp though a little sluggish. Standardise the titanous chloride with standard potassium bromate.

Experimental

The stock solution of chlorate was standardised by boiling with a known excess of Mohr's salt and back-titrating against ceric sulphate using ferroin as indicator. The same ceric sulphate was used to standardise the titanous chloride through ferrous ammonium sulphate using 10 ml of ammonium thiocyanate as indicator. The ferric alum was standardised by cross titration with the titanous solution and this supplementary ferric alum was used to check the titre of titanous daily. Various volumes of chlorate solution were measured into the flask and the solution was titrated as described previously.

Table 1 shows the results. Having proved the applicability of the method for chlorates only, the next step was to test it for chlorates in presence of perchlorates. A second series of titrations was carried out in

Table 1. *Determination of Sodium Chlorate alone by Titration against Titanous Chloride*

Sodium chlorate added mg	Sodium chlorate found mg	Error %	Sodium chlorate added mg	Sodium chlorate found mg	Error %
22.00	22.08	+0.36	35.20	35.00	−0.57
26.40	26.61	+0.80	39.60	39.27	−0.83
30.80	30.83	+0.10	44.01	43.71	−0.68

Table 2. *Determination of Sodium Chlorate in Presence of 6.84 g of Sodium Perchlorate*

Sodium chlorate added mg	Sodium chlorate found when $TiCl_3$ is standardised with ferric alum mg	Error %	Sodium chlorate found when $TiCl_3$ is standardised with potassium bromate mg	Error %
21.91	21.78	−0.59	21.88	−0.14
24.65	24.46	−0.77	24.57	−0.32
27.39	27.19	−0.73	27.31	−0.29
46.55	46.11	−0.95	46.31	−0.52
49.29	48.75	−1.10	48.96	−0.67
52.03	51.48	−1.06	51.71	−0.62
54.77	54.18	−1.08	54.41	−0.66

the same way, but adding 20 ml of sodium perchlorate solution to the flask prior to titration. Since the sodium perchlorate contained traces of chlorate, blank titrations were performed using 20 ml of perchlorate

solution and omitting the addition of chlorate. The indicator correction was determined by finding the volume of titanous required to decolourise a solution containing excess chlorate, sodium bromide, acid and quinoline yellow. Results are tabulated in Table 2. Table 3 indicates the

Table 3. *Precision of the Method Determined According to the Procedure of Moran*
Sodium chlorate taken 52.48 mg. Titanous chloride standardised with ferric alum

Test No.	Sodium chlorate found mg	Deviation d	$d^2 \cdot 10^{-6}$
1	51.71	− 0.131	17161
2	51.85	+ 0.009	81
3	51.83	− 0.011	121
4	51.83	− 0.011	121
5	51.73	− 0.111	12321
6	51.98	+ 0.139	19321
7	51.66	− 0.181	32761
8	51.95	+ 0.109	11881
9	51.86	+ 0.009	361
10	52.00	+ 0.169	28561

Average $= \bar{X}_1 = 51.841$ $\quad \Sigma d^2 = 122690 \cdot 10^{-6}$

$$\sigma 10 = \sqrt{\frac{\Sigma d^2}{10}} = 0.111$$

$$LU_{av} = 51.841 \pm \frac{3(0.111)}{10} = 51.736 \text{ to } 51.946$$

$$LU_1 = \frac{3(0.111)}{0.923} = \pm 0.361$$

precision of the method determined according to the procedure suggested by Moran[6]. It is seen from Table 3 that the method gives a rather large limit of uncertainty. This is due to the unavoidable erratic escape of bromine. This is an inherent defect of the method. The limit of uncertainty of the method is $\pm$ 0.361 mg of sodium chlorate for a sample analysing 52.48 mg of sodium chlorate.

Table 4. *Effect of Acidity of the Chlorate Solution on Results of the Titration against Titanous Chloride*
Titanous chloride standardised with ferric alum. Sodium chlorate taken 21.91 mg

Acid added	Sodium chlorate found	Recovery	Acid added	Sodium chlorate found	Recovery
ml	mg	%	ml	mg	%
1 : 1 H_2SO_4 5	21.75	99.26	1 : 1 HCl 10	21.79	99.45
H_2SO_4 10	21.73	99.17	HCl 25	21.80	99.54
H_2SO_4 25	21.64	98.76			

Tables 1, 2 and 3 also indicate that at higher chlorate concentrations, a rather high negative error is always obtained. This, again, can be traced to the escape of bromine from solution. This could be minimised by

standardising the titanous solution with standard potassium bromate in hydrochloric acid medium under similar conditions so that to some extent the same type of errors cancels out. The addition of sodium bromide should be omitted in the bromate titration. The results are shown in Table 2. The effect of acidity of the solution being titrated is shown in Table 4. One can add between 5 and 25 ml of 1:1 acid, either sulphuric or hydrochloric. Above 25 ml the end point is poor. Below 5 ml the chlorate recovery is low. The volume of the solution should be kept above 300 ml. Low titre value results if the solution is substantially below 250 ml. Table 5 makes this clear.

Table 5. *Effect of the Volume of the Solution in Chlorate-Titanous Titration.* Titanous chloride standardised with ferric alum. Chlorate taken 52.58 mg. 1 : 1 sulphuric acid added 20 ml

Volume of solution at end of titration ml	Sodium chlorate found mg	Recovery %
300 – 350	51.84	98.59
200 – 230	51.52	97.98

Discussion

Certain precautions have to be observed in order to minimise the error. During titration the bulk of the titrant must be run in rapidly. If too much time is taken, an abnormally low value is obtained. In one case, we obtained a titre value of 28.55 ml of titanous when the titration was carried out slowly even from the very beginning with constant swirling of solution. The duration of the titration was 5 minutes. The titre value stood at 29.21 ml when the titration was done rapidly in the beginning. On the other hand, the addition of the titrant should be done slowly near the end point since the reaction is not instantaneous. Otherwise, one is likely to overstep the end point. The indicator should be added just before the end point. If it is added too early, it is permanently destroyed and fails to give a colour change. If in any titration colour change does not occur, one should repeat the titration adding the indicator at a later stage of the titration. A rough indication of the point at which the indicator is added can be obtained by visual observation. If the titration near the end is done slowly the solution becomes almost colourless about 0.5 ml to 1 ml before the anticipated end point. If, however, the addition of titanous is done rapidly near the end the yellow colour of bromine persists even after the theoretical end point is reached. This can be attributed to the sluggish reaction of bromine with the consequent possibility of excess titanous being added before completion of reaction. It is advisable to take for determination amounts of sodium chlorate within a range of 55 mg.

The method is not recommended for accurate work. But in the hands of an experienced and careful analyst, an accuracy of within 1% can

be obtained. The method deserves consideration in the industry where to some extent accuracy can be sacrificed for rapidity and simplicity of procedures. The distinct advantage of the method is that a single standard solution serves for the analysis of both chlorate and perchlorate. After analysing the chlorate content only by means of the above mentioned procedure, the total amount of chlorate and perchlorate can be determined by boiling the mixture with a known excess of titanous chloride under an inert atmosphere and back titrating the titanous chloride against standard dichromate or ceric sulphate.

Summary

A rapid and simple method is described for the determination of chlorate in the presence of a large amount of perchlorate. The solution containing the mixture is acidified with either sulphuric acid or hydrochloric acid and titrated in the presence of sodium bromide directly against titanous chloride using quinoline yellow as indicator near the end point. The limit of uncertainty of the method is 0.361 mg for a sample analysing 52.48 mg of sodium chlorate.

References

[1] Belcher, R.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 27 (1951); cf. Z. analyt. Chem. **136**, 295 (1952). — [2] English, F. L.: Ind. Engng. Chem. **12**, 994 (1920). — [3] Haight, jr. G. P.: Analyt. Chemistry **25**, 642 (1953); cf. Z. analyt. Chem. **145**, 235 (1955). — [4] Hendrixson, W. S.: J. Amer. chem. Soc. **45**, 2013 (1923); cf. Z. analyt. Chem. **65**, 142 (1924/25). — [5] Ishibashi, M., and Y. Harada: J. chem. Soc. Japan **62**, 38 (1941); cf. Chem. Abstr. **35**, 3191[5] (1941). — [6] Moran, R. F.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **15**, 361 (1943). — [7] Scott, W. W., and N. H. Furman: Standard Methods of Chemical Analysis, Vol. 1, p. 480, New York, D. Van Nostrand Co., 1944. — [8] Sinn, V.: Analyst **73**, 236 (1948). — [9] Smith, G. F., and A. J. Veraguth: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 386 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **162**, 436 (1958). — [10] Tomiček, O.: Recueil Trav. chim. Pays-Bas. **43**, 784 (1924). — [11] Vogels, H.: 15me Congr. Chim. Ind. (Bruxelles, Sept., 1935); cf. Chem. Abstr. **30**, 5528[7] (1936).

Dr. G. S. Laddha, Alagappa Chettiar College of Technology,
University of Madras, Guindy, Madras-25 (India)

Aus dem Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie, Dortmund-Aplerbeck, in Zusammenarbeit mit der Westfälischen Wilhelms-Universität zu Münster

Verfahren zur Analyse extrahierter anorganischer Verbindungen

Anwendung der Jobschen Methode der kontinuierlichen Variation und konduktometrischer Titrationen*

Von

HERMANN SPECKER und EWALD JACKWERTH

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 29. Januar 1959)

Untersuchungen über die Zusammensetzung extrahierter anorganischer Verbindungen — Chloride, Bromide, Jodide, Thiocyanate, Halogenometallate — sind bisher fast ausschließlich an organischen Phasen vorgenommen worden, die bei der Extraktion wäßriger Metallsalzlösungen mit hohen Gehalten an Halogenid- oder Thiocyanationen resultieren. Solche Extrakte enthalten neben der interessierenden Metallverbindung stets „blind" extrahierte Anteile der Halogenidkomponente, häufig in einer Menge, die um ein Vielfaches größer ist als die der extrahierten Metallverbindung. Wegen dieser hohen Blindextraktion lassen sich an Hand der Analyse der wäßrigen und der organischen Phase nur sehr unsichere Angaben über die Zusammensetzung der extrahierten Metallverbindung machen, zumal über die bei hohen Konzentrationen häufig auftretende, gegenseitige Beeinflussung von Metallverbindung und Halogenidkomponente nichts Quantitatives bekannt ist.

Es erschien uns deshalb zweckmäßig, solche Untersuchungen an Verteilungssystemen mit verdünnten wäßrigen Phasen vorzunehmen, deren Metall- und Halogenidkonzentrationen der Größenordnung nach gleich waren und bei denen die einzelnen Komponenten nur in geringem Maße „blind" extrahiert wurden. Überdies erschien es wünschenswert, die Zusammensetzungen der extrahierten Verbindungen nicht nur auf einzelne Analysen der organischen und wäßrigen Phasen zu stützen, sondern sie aus einem funktionalen Zusammenhang derartiger, unter wechselnden Konzentrationsbedingungen gewonnener Analysenwerte zu entnehmen.

* Teil des Vortrages, gehalten auf der Tagung der Gesellschaft Deutscher Chemiker-Fachgruppe „Analytische Chemie" am 24. Oktober 1958 in Marburg/Lahn.

Einen solchen Zusammenhang liefert das Jobsche Verfahren der kontinuierlichen Variation[4], dessen allgemein gültige Grundlagen an Hand der Reaktion

$$A + nB \rightleftharpoons AB_n \tag{1}$$

kurz skizziert werden sollen.

Das Massenwirkungsgesetz liefert für diese Reaktion den Ausdruck

$$\frac{c_{AB_n}}{c_A \cdot c_B{}^n} = K. \tag{2}$$

Mit der Randbedingung

$c_A + c_B = \text{const}$ oder $c_B = \text{const} - c_A$ erhält man

$$\frac{c_{AB_n}}{c_A\,(\text{const} - c_A)^n} = K. \tag{3}$$

Die Differentiation dieses Ausdruckes ergibt, daß c_{AB_n} als Funktion von c_A und c_B ein Maximum durchläuft, das an der Stelle $c_B/c_A = n$ liegt.

$$\frac{dc_{AB_n}}{dc_A} = K\,(\text{const} - c_A)^n - K \cdot c_A \cdot n\,(\text{const} - c_A)^{n-1}. \tag{4}$$

Im Maximum von c_{AB_n} ist

$$\frac{dc_{AB_n}}{dc_A} = 0 \text{ und mithin} \tag{5}$$

$$K\,(\text{const} - c_A)^n = K \cdot c_A \cdot n\,(\text{const} - c_A)^{n-1}$$

$$\frac{(\text{const} - c_A)}{c_A} = \frac{c_B}{c_A} = n. \tag{6}$$

Die Lage des Maximums auf der Abszisse zeigt also das Verhältnis an, in welchem die Komponenten A und B in der Verbindung AB_n vorliegen.

Dieses Verfahren wurde für die photometrische Bestimmung der Zusammensetzung farbiger Komplexverbindungen entwickelt, wobei als Meßgröße für c_{AB_n} die Extinktion bei einer geeigneten Wellenlänge benutzt wurde. Anstelle der Extinktion kann man aber auch jede andere physikalische oder chemische Eigenschaft heranziehen, die eindeutig und erkennbar mit der Größe von c_{AB_n} verknüpft ist.

Bei den hier beschriebenen Untersuchungen wurden, soweit wir wissen, erstmalig zur Darstellung des Verlaufes von c_{AB_n} die nach Extraktion der wäßrigen Lösungen in den zugehörigen organischen Phasen gefundenen Mengen von A und B, in unserem Falle also die extrahierten Metall- und Halogenidmengen benutzt.

Bei diesen Messungen verfuhren wir folgendermaßen: Die wäßrigen Phasen — ihr Volumen war bei allen Versuchen 20 ml — enthielten, entsprechend der für das Jobsche Verfahren geltenden Konzentrationsbedingungen $c_A + c_B = \text{const}$, stets insgesamt 2,0 mMol an Metall- und Halogenidionen. Innerhalb jeder Meßreihe wurde schrittweise die Menge der Metallionen von 0 auf 2,0 mMol gesteigert, die der

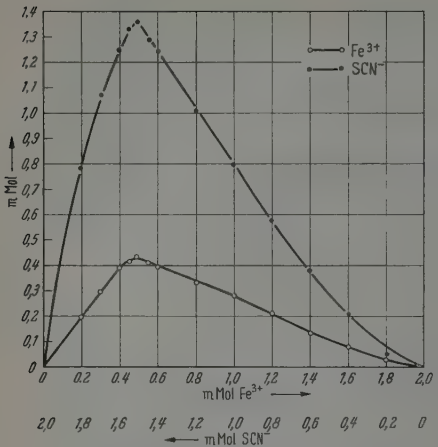

Abb. 1. Extraktion von Fe^{3+} und SCN^- mit Cyclohexanon bei kontinuierlicher Variation von $Fe(NO_3)_3$ und NH_4SCN in der wäßrigen Phase. Zusammensetzung der organischen Phase

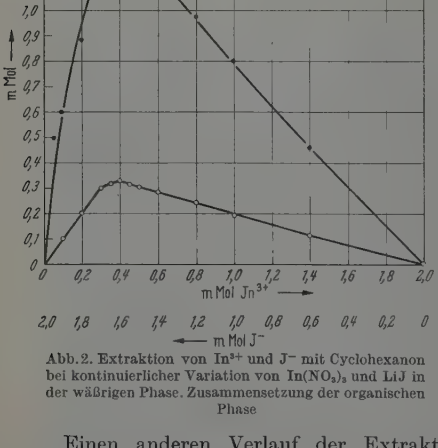

Abb. 2. Extraktion von In^{3+} und J^- mit Cyclohexanon bei kontinuierlicher Variation von $In(NO_3)_3$ und LiJ in der wäßrigen Phase. Zusammensetzung der organischen Phase

Halogenidionen von 2,0 auf 0 mMol abgesenkt. Die bei der Ausschüttelung dieser Lösungen mit je 20 ml Extraktionsmittel resultierenden organischen Phasen wurden analysiert und die gefundenen Metall- und Halogenidmengen gegen die in den wäßrigen Ausgangslösungen vorgelegten Konzentrationsverhältnisse aufgetragen.

In den Abb. 1 u. 2 sind die auf diese Weise bei der Extraktion von Eisen(III)-thiocyanat und von Indiumjodid mit Cyclohexanon gewonnenen Ergebnisse dargestellt. Im Falle des Eisen(III)-thiocyanates liegen die Maxima der Extraktionskurven für die Eisen(III)- und Thiocyanationen eindeutig und übereinstimmend bei dem in der wäßrigen Phase vorgegebenen Molverhältnis $[Fe^{3+}] : [SCN^-] = 0{,}5 : 1{,}5$; der extrahierten Verbindung ist demnach die Zusammensetzung $Fe(SCN)_3$ zuzuschreiben. Im System Indium/Jodid zeigen die Maxima der Extraktionskurven für die Indium- und Jodidionen übereinstimmend das Molverhältnis $[In^{3+}] : [J^-] = 0{,}4 : 1{,}6$ an. Das Indium wird also, wie schon früher angegeben worden ist[1,2], aus jodidhaltigen Lösungen als Tetrajodoindat — $Me[InJ_4]$ — extrahiert.

Einen anderen Verlauf der Extraktionskurven von Kation und Anion beobachtet man bei Messungen im System Quecksilber/Jodid (Abb. 3 u. 4). Die Maxima fallen auf der Abszisse nicht mehr zusammen,

vielmehr liegt das Maximum der Quecksilberextraktion beim Molverhältnis $[Hg^{2+}]:[J^-]=1:2$, das der Jodidextraktion beim Molverhältnis 1 : 3. Diese Diskrepanz kommt folgendermaßen zustande: Im Bereich kleiner Quecksilbergehalte wird das Quecksilber quantitativ als Trijodomercurat — $Me[HgJ_3]$ — extrahiert, wobei das überschüssige Jodid in der wäßrigen Phase zurückbleibt, und zwar bis zum Molverhältnis 1 : 3. Bei weiterem Anstieg des Molverhältnisses reichen die vorgelegten Jodidmengen nicht mehr aus, um sämtliches Quecksilber in das Trijodomercurat zu überführen. Neben diesem tritt deshalb in den organischen Phasen in zunehmendem Maße das gleichfalls quantitativ extrahierbare Quecksilber(II)-jodid auf; beim Molverhältnis 1 : 2 liegt ausschließlich diese Verbindung in der organischen Phase vor, ebenso bei noch höheren Werten von $[Hg^{2+}]:[J^-]$; jedoch wird dann das Quecksilber nicht mehr quantitativ extrahiert. Die gleiche Deutung der Extraktionsvorgänge geht aus den Analysen der einzelnen organischen Phasen hervor. Rechts vom Maximum der Quecksilberextraktion gehen Quecksilber und Jodid immer

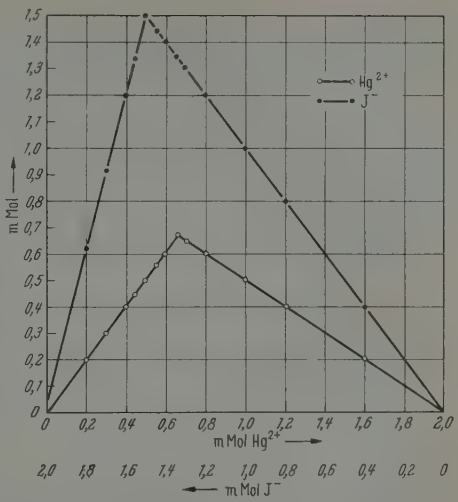

Abb. 3. Extraktion von Hg^{2+} und J^- mit Cyclohexanon bei kontinuierlicher Variation von $Hg(NO_3)_2$ und LiJ in der wäßrigen Phase. Zusammensetzung der organischen Phase

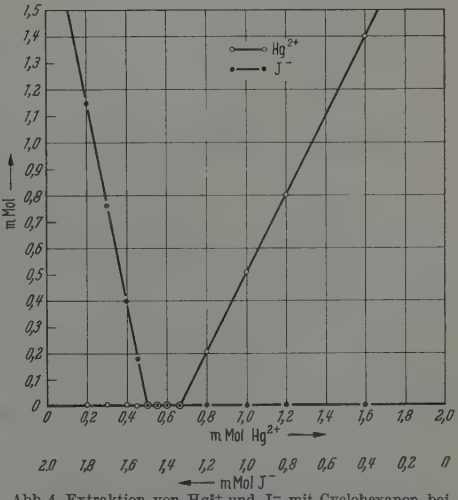

Abb. 4. Extraktion von Hg^{2+} und J^- mit Cyclohexanon bei kontinuierlicher Variation von $Hg(NO_3)_2$ und LiJ in der wäßrigen Phase. Zusammensetzung der wäßrigen Phase

im Molverhältnis 1 : 2 in die organische Phase, links vom Maximum der Jodidextraktion immer im Molverhältnis 1 : 3, während im Intervall zwischen den Maxima ein stetiger Übergang zwischen diesen Grenzwerten zu beobachten ist (Abb. 5). In diesem Intervall werden wegen der außerordentlich hohen Verteilungskoeffizienten von HgJ_2 und $[HgJ_3^-]$ sowohl das Quecksilber als auch das Jodid quantitativ extrahiert. Diese Tatsache haben wir zu einer quantitativen volumetrischen Bestimmung des zweiwertigen Quecksilbers durch Extraktion mit Cyclohexanon ausgenutzt[3]. Wir haben beim System Quecksilber/Jodid

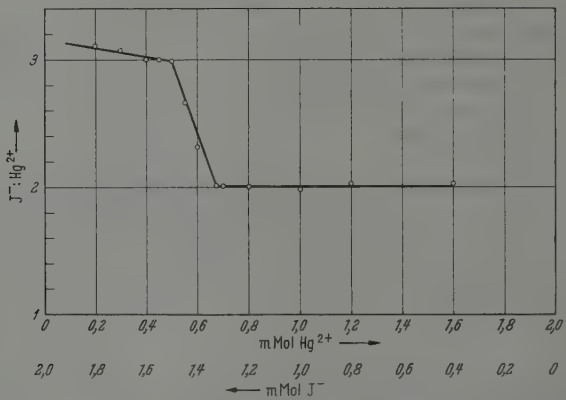

Abb. 5. Molverhältnisse J^- : Hg^{2+} in der organischen Phase in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der wäßrigen Phase

erstmals die Existenz zweier Extraktionsmechanismen mit Sicherheit nachweisen können. In ähnlicher, jedoch weniger scharf abgegrenzter Form sind sie auch bei anderen Systemen zu finden, so etwa im System Cadmium/Jodid.

Das Jobsche Verfahren erfordert einen beträchtlichen Aufwand an chemisch-analytischen Messungen. Sehr viel rascher und eleganter erhält man die gewünschten Informationen über die Zusammensetzung der extrahierten Verbindungen mit Hilfe eines von uns entwickelten neuen Verfahrens, der „konduktometrischen Extraktionstitration". Auch bei diesem Verfahren kann man von verdünnten, wäßrigen Lösungen der einzelnen Komponenten (0,1 m) ausgehen, vorausgesetzt, daß die Verteilungskoeffizienten der interessierenden Verbindungen genügend groß sind. Als weitere Voraussetzung kommt hinzu, daß die Extraktion dieser Verbindungen mit charakteristischen und gut meßbaren Änderungen der elektrischen Leitfähigkeit in der organischen Phase verbunden sein muß.

Die technische Durchführung ist höchst einfach: In ein 100 ml-Becherglas gibt man die wäßrige Phase (10—20 ml), die eine genau bekannte Menge des zu extrahierenden Kations enthält, überschichtet sie mit dem organischen Lösungsmittel, rührt einige Zeit kräftig durch und mißt nach dem Absetzen die elektrische Leitfähigkeit in der organischen Phase, z. B. mittels einer Tauchzelle. Dann titriert man aus einer Bürette schubweise die eingestellte, wäßrige Halogenidlösung hinzu, rührt nach jeder Zugabe kräftig durch und mißt die Leitfähigkeit im Extrakt. Schließlich trägt man die Meßwerte gegen den Halogenidzusatz auf.

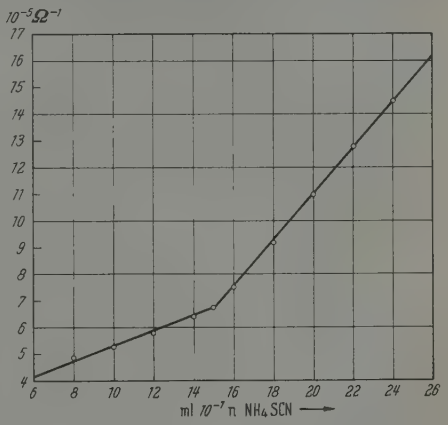

Abb. 6. Konduktometrische Extraktionstitration von 0,5 mMol $Fe(NO_3)_3$ mit 0,1 n NH_4SCN-Lösung und Cyclohexanon als Extraktionsmittel

Dies ist in den Abb. 6, 7 u. 8 für die Systeme Eisen(III)-nitrat/Ammoniumthiocyanat, Indiumnitrat/Lithiumjodid und Quecksilber(II)-nitrat/Lithiumjodid geschehen. In allen Fällen ist Cyclohexanon als Extraktionsmittel verwendet worden. Im erstgenannten System steigt bei Vorlage von 0,5 mMol Eisen(III)-nitrat die Leitfähigkeit zunächst nur mäßig an; nach Überschreiten des Äquivalenzpunktes bei einem Zusatz von 1,5 mMol Ammoniumthiocyanat — entsprechend der Zusammensetzung $Fe(SCN)_3$ für die extrahierte Eisenverbindung — knickt die Leitfähigkeitskurve wegen der hohen Eigenleitfähigkeit des blind extrahierten Ammoniumthiocyanates nach oben ab. Bei der Titration von Indium mit Jodid zeigt der rasche Anstieg der Leitfähigkeit die Bildung einer gut extrahierbaren und gut leitenden Verbindung in der organischen Phase an, welcher

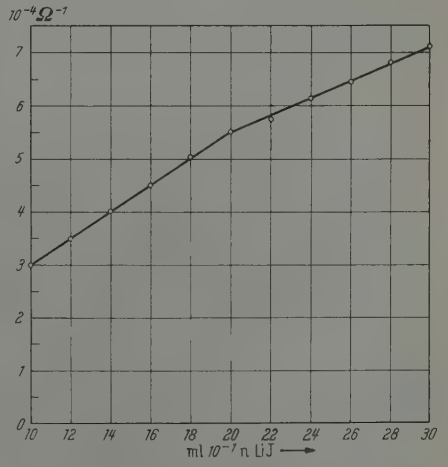

Abb. 7. Konduktometrische Extraktionstitration von 0,5 mMol $In(NO_3)_3$ mit 0,1 n LiJ-Lösung und Cyclohexanon als Extraktionsmittel

nach der Lage des Äquivalenzpunktes (Molverhältnis 1 : 4) die Zusammensetzung $Li[InJ_4]$ zukommt. Das oberhalb des Äquivalenzpunktes blind extrahierte Lithiumjodid bewirkt nur mehr einen geringen Leitfähigkeitsanstieg. Die Titration von Quecksilber(II)-nitrat mit Lithiumjodid führt zunächst in stöchiometrischer Reaktion zum äußerst wenig dissoziierten Quecksilber(II)-jodid, das auch in der organischen Phase keine merkliche Leitfähigkeit besitzt. Bei weiterem Zusatz von Jodid setzt es sich in der organischen Phase quantitativ zum Lithiumtrijodomercurat—$Li[HgJ_3]$—um, dessen gute Leitfähigkeit die Tritrationskurve steil ansteigen läßt. Nach

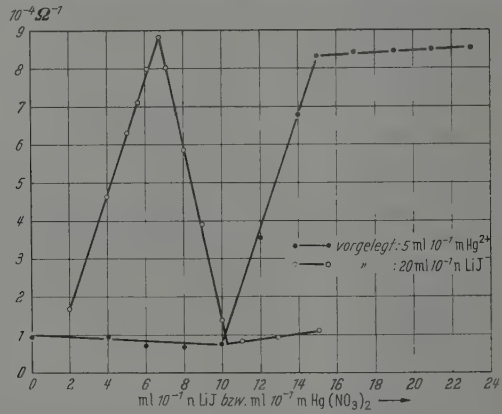

Abb. 8. Konduktometrische Extraktionstitration von 0,5 mMol $Hg(NO_3)_2$ mit 0,1 n LiJ-Lösung bzw. von 2,0 mMol LiJ mit 0,1 n $Hg(NO_3)_2$-Lösung und Cyclohexanon als Extraktionsmittel

Beendigung dieser Reaktion nimmt die Leitfähigkeit wegen der geringen Blindextraktion von Lithiumjodid nur unbedeutend zu. Genau den umgekehrten Verlauf der Leitfähigkeit beobachtet man bei der Titration von Lithiumjodid mit Quecksilber(II)-nitrat. Zunächst bildet sich quantitativ $Li[HgJ_3]$; dieser Reaktion entspricht der erste, steil ansteigende Ast der Titrationskurve. Das Lithiumtrijodomercurat setzt sich dann mit weiterem Quecksilbernitrat zum HgJ_2 um, wobei die Leitfähigkeit steil abfällt; der letzte, flache Kurventeil entspricht dem blind extrahierten Lithium- bzw. Quecksilbernitrat. — Diese Messungen decken sich völlig mit den Ergebnissen des Jobschen Verfahrens. Wir haben deshalb mit Hilfe dieser beiden Methoden zahlreiche andere Verteilungssysteme untersucht — dabei sind stets verdünnte Lösungen verwendet worden — und auf diese Weise folgende Verbindungen bei der Extraktion von Halogeniden mit organischen Lösungsmitteln nachgewiesen: HgJ_2, HgJ_3^-; $HgBr_2$, $HgBr_3^-$; $Hg(SCN)_2$, $Hg(SCN)_3^-$; CdJ_2, CdJ_3^-; $CdBr_2$, $CdBr_3^-$; InJ_4^-; $InBr_4^-$; SbJ_3; $SbBr_3$; BiJ_3, BiJ_4^-; $BiBr_3$; $Bi(SCN)_3$.

Ferner konnten wir nachweisen, daß die Zusammensetzung der extrahierten Verbindungen in einigen Fällen von der Natur des jeweiligen organischen Lösungsmittels abhängt. So wird z.B. das Wismut aus jodidhaltigen Lösungen mit Cyclohexanon bevorzugt als BiJ_3, mit Glykolestern der schwefligen Säure und der Kohlensäure als $[BiJ_4]^-$ extrahiert. Darüber wird später berichtet werden.

Zusammenfassung

Zur Analyse anorganischer, aus verdünnten wäßrigen Lösungen extrahierter Verbindungen werden zwei Verfahren angegeben:

1. Das für Extraktionsreaktionen modifizierte Jobsche Verfahren der kontinuierlichen Variation.

2. Die „konduktometrische Extraktionstitration".

Beide Verfahren liefern bei der Untersuchung verschiedener Verteilungssysteme die gleichen Aussagen über den Extraktionsmechanismus anorganischer Verbindungen. Am Beispiel der Extraktion von Eisen(III)-thiocyanat, Indium- und Quecksilber(II)-jodid werden diese Verfahren, die zur Klärung dieser Probleme erstmals eingesetzt worden sind, ausführlich erläutert.

Literatur

[1] HARTKAMP, H., u. H. SPECKER: Angew. Chem. **68**, 678 (1956); vgl. diese Z. **157**, 357 (1957); Talanta (London) **2**, 67 (1959). — [2] IRVING, H. M., u. F. J. C. ROSOTTI: Analyst **77**, 801 (1952); vgl. diese Z. **143**, 130 (1954). — [3] JACKWERTH, E., u. H. SPECKER: diese Z. 167, 269 (1959). — [4] JOB, P.: Ann. Chimica (10) **9**, 113 (1928); (11) **6**, 97 (1936).

Prof. Dr. H. SPECKER, Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie, Dortmund-Aplerbeck, Marsbruchstr. 186

Institut für anorganische und analytische Chemie der L. Eötvös Universität, Budapest

Verfahren zur Bestimmung von Ammoniak, von Cyaniden, Nitriten und Nitraten nebeneinander

Von

E. SCHULEK, K. BURGER und M. FEHÉR

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Februar 1959)

Es ist aus der Literatur[5] bekannt, daß die salpetersauren Ester mehrwertiger Alkohole: die sogenannten „Nitrokörper", wie das „Nitroglycerin, Tetranitroerythrit, Hexanitromannit" usw., sich bei der alkalischen Hydrolyse nicht eindeutig spalten. Unter den Spaltungsstücken sind neben Nitraten und Nitriten auch Peroxyde, Ammoniak sogar auch

Cyanide (?) usw., das letzte als Vorstufe von Ammoniak und Formiaten zu finden.

Wir haben es uns also zum Ziele gesetzt, das Ammoniak und die Cyanide, dann die Nitrite und Nitrate aus derselben Einwaage, das heißt aus demselben Verseifungsgut zu bestimmen, um später die hydrolytische Spaltung der „Nitrokörper" unter verschiedenen Verseifungsbedingungen eingehend studieren zu können.

Nach unserem Arbeitsprogramm sollten Ammoniak und Cyanide zuerst durch Destillation abgetrennt werden. Im Destillat sollte das Ammoniak mit Säure titriert, dann das Cyanid nach der Bromcyanmethode von E. Schulek[2] bestimmt werden. Nach unter geeigneten Bedingungen durchgeführte Destillation sollten die Nitrite und Nitrate unverändert im Destillierkolben zurückbleiben. In einer entsprechenden Apparatur sollte das Nitrit durch Jodid zersetzt und nach dem Verjagen des entstandenen Stickoxyds jodometrisch ermittelt werden. Das im Reaktionskolben zurückgebliebene Nitrat sollte endlich nach Reduktion mittels Devardascher Legierung[1] als Ammoniak übergetrieben und alkalimetrisch bestimmt werden.

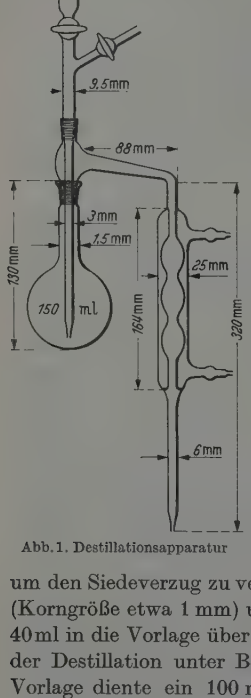

Abb. 1. Destillationsapparatur

Der p_H-Wert des Reaktionsgemisches mußte so gewählt werden, daß das Ammoniak und auch die Cyanide abdestilliert werden konnten, ohne die Nitrite und Nitrate zu zerstören.

Um den geeigneten p_H-Wert festzustellen, verdünnten wir gemessene Mengen 0,02 m Ammoniumchloridlösung in einem Destillierapparat (Abb. 1), auf etwa 70 ml Gesamtvolumen, brachten mit etwa 1 n Natronlauge auf einen bestimmten p_H-Wert, versetzten, um den Siedeverzug zu verhindern, mit etwa 30—50 mg Bimssteinpulver (Korngröße etwa 1 mm) und destillierten innerhalb von 10 min ungefähr 40 ml in die Vorlage über. Der p_H-Wert der Lösung wurde vor und nach der Destillation unter Benutzung einer Glaselektrode kontrolliert. Als Vorlage diente ein 100 ml fassender Stehkolben mit verengtem Hals (vgl. Abb. 2), der in den ersten Versuchen mit einer bekannten überschüssigen Menge 0,02 n Schwefelsäure beschickt war. In späteren Versuchen wurden etwa 20 ml frisch ausgekochtes Wasser vorgelegt[3], das überdestillierte Ammoniak konnte dann mit 0,02 n Schwefelsäure (oder Perchlorsäure) in Gegenwart von Methylrot als Indicator direkt titriert

werden. — Aus den Resultaten (Tab. 1) geht hervor, daß das Ammoniak sich bei p_H-Werten unter 3,5 überhaupt nicht, im p_H-Bereich 4—7 nur teilweise, oberhalb p_H 7,5 aber vollständig abdestillieren läßt.

In einer zweiten, gleichartig durchgeführten Versuchsreihe wurden gemessene Anteile einer 0,005 m Cyanidlösung auf etwa 70 ml ergänzt und nach Einstellung auf bestimmte p_H-Werte destilliert. Die p_H-Werte wurden vor und nach der Destillation elektrometrisch kontrolliert. Als Vorlage diente ein mit etwa 20 ml Wasser beschickter 100 ml-Stehkolben mit verengtem Hals. Die Bestimmung der überdestillierten Blausäure erfolgte nach dem Bromcyanverfahren von E. SCHULEK[2].

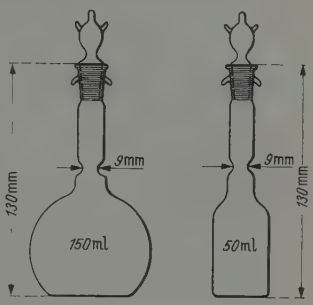

Abb. 2. Vorlagekolben

Die in der Tab. 2 zusammengestellten Versuchsergebnisse zeigen, daß HCN bei p_H-Werten unter 8,2 vollständig abdestilliert werden kann. Sind

Tabelle 1. *Destillation von NH_3 bei verschiedenen p_H-Werten*
(Einwaage an NH_3 [in Form einer NH_4Cl-Lösung]: 3,42 mg [10,07 ml])

Verbraucht 0,02 n H_2SO_4 ml	p_H-Wert der Lösung vor der Destillation	p_H-Wert der Lösung nach der Destillation	Gefunden NH_3 in Prozent der Einwaage
10,04	8,8	8,6	99,75
10,07	8,3	7,8	99,92
10,05			
10,07	8,0	7,4	100,00
10,05	7,5	7,2	99,92
10,07			
9,60	7,0	6,7	95,35
9,80			97,33
8,17	6,5	6,2	81,14
7,15			71,0
5,00	6,0	5,7	49,66
4,85			48,16
0,37	4,5	4,2	3,5
0,35			
0,06	4,0	3,3	0,6
0,00	3,5	3,1	0,0

Tabelle 2. *Destillation von HCN bei verschiedenen p_H-Werten*
(Einwaage an HCN [in Form einer KCN-Lösung]: 1,31 mg [9,70 ml])

Verbraucht 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung ml	p_H-Wert der Lösung vor der Destillation*	Gefunden HCN in Prozent der Einwaage
9,74	5,7	100,3
9,71		
9,72	6,3	100,4
9,75		
9,68	6,7	100,0
9,71		
9,70	8,2	99,90
9,68		
9,65	8,4	99,48
9,52		98,14
8,73	9,2	90,03
1,20	11,7	12,39

* Nach der Destillation wichen die p_H-Werte von den angegebenen Zahlen um höchstens 0,2 Einheiten ab.

daher Cyanide und Ammoniumsalze nebeneinander in einer Lösung vorhanden, so können sie im p_H-Intervall 7,5—8,2 mit Sicherheit von

anderen Bestandteilen durch Destillation getrennt werden. Ammoniak kann in der Vorlage durch Titration mit 0,02 oder 0,01 n Säure in Gegenwart von Methylrot als Indicator ermittelt werden, die Blausäuretitration kann anschließend in derselben Lösung nach der Bromcyanmethode jodometrisch erfolgen.

Es war nun noch festzustellen, bei welchem p_H-Wert die Nitrite bzw. Nitrate auch bei Siedetemperatur der Lösung unzersetzt bleiben, also kochfest sind.

Nach den durchgeführten Destillationsversuchen war eine ganz geringe Zersetzung der Nitrite erst unterhalb des p_H-Wertes 7 zu beobachten. Die ersten Spuren von nitrosen Dämpfen waren im Destillat der Lösungen vom p_H-Wert 6,6 mit der bekannten Jodstärkereaktion nachweisbar.

Alle diese Vorversuche zeigen eindeutig, daß das S. 424 skizzierte Analysenverfahren anwendbar ist, wenn man dafür Sorge trägt, daß der p_H-Wert während der Destillation im Bereich 7,5 — 8,2 bleibt.

Arbeitsvorschrift

Apparatur. Die in Abb. 1 wiedergegebene Apparatur besteht aus dem Destillierkolben von etwa 150 ml Inhalt mit Normalschliff, dem Destillieraufsatz mit angeschmolzenem Kugelkühler und dem oberen Teil des Destillieraufsatzes mit durch Normalschliff angepaßtem Trichter von etwa 10 ml Inhalt, dessen ausgezogener Stiel bis zum Boden des Destillierkolbens reicht und der zum Einführen von Flüssigkeiten, wenn nötig auch von Gasen dient. Um das Einleiten von Gas zu erleichtern, besitzt der Trichter unter seinem Glashahn ein ebenfalls mit Glashahn verschließbares Seitenröhrchen.

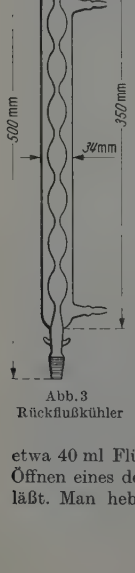

Abb. 3
Rückflußkühler

Zur Apparatur gehören noch Vorlagekolben von etwa 150 u. 100 bzw. 50 ml Inhalt (Abb. 2) mit verengtem Hals, durch den das Kühlrohr bequem hindurchgeht. Die Kolben besitzen Glasstopfen mit Normalschliffen und sind so dimensioniert, daß sie auch als Destillierkolben benützt werden können. Zur Apparatur gehört endlich auch ein Rückflußkühler mit Normalschliff (Abb. 3), um die notwendige Verseifung bei der späteren Untersuchung von „Nitrokörpern" in dem Destillierkolben vornehmen zu können.

Bestimmung von Ammoniak. Die zu untersuchende Lösung wird im Destillierkolben mit reinem Wasser auf etwa 70 ml ergänzt und in Gegenwart von einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung als Indicator mit einer 3%igen Boraxlösung bis zur blaßroten Farbe auf etwa p_H 8 eingestellt. Die Normalschliffe sowie die Glashähne der Apparatur werden mit ganz wenig Paraffinöl gedichtet. Als Vorlage dient der 150 ml-Stehkolben (Abb. 2) mit verengtem Hals, welcher etwa 20 ml frisch ausgekochtes und abgekühltes Wasser enthält. Das Kühlrohr des Destillieraufsatzes wird sanft auf den Boden des Kolbens gedrückt. Nach Zugabe von Bimssteinpulver (S. 424) destilliert man mit einem Mikrogasbrenner etwa 40 ml Flüssigkeit ab. Die Destillation wird abgebrochen, indem man durch Öffnen eines der Glashähne des Aufsatzes Luft in den Destillierkolben eindringen läßt. Man hebt dann das Kühlrohr vorsichtig aus dem Destillat und setzt die

Destillation noch einige Sekunden fort, um das Kühlrohr innen abzuspülen. Nachdem es auch von außen mit wenig Wasser abgespült worden ist, titriert man das Destillat in Gegenwart von 1—2 Tropfen Methylrotindicator mit 0,02 n oder 0,01 n Schwefel-(oder Perchlor-)säure. — 1 ml 0,01 n Säure entspricht 0,1703 mg NH_3 oder 0,14008 mg Ammoniakstickstoff.

Bestimmung von Cyanid[2]. Die austitrierte Lösung wird mit etwa 5 ml 20%iger Phosphorsäure angesäuert und dann tropfenweise mit frisch gesättigtem Bromwasser solange versetzt, bis die Flüssigkeit eine ständige (innerhalb 5 min nicht verschwindende) gelbe Farbe angenommen hat. Das überschüssige Brom der Lösung wird durch Hinzufügen von ungefähr 3 ml 5%iger Phenollösung in einem Guß als Tribromphenol gebunden und das Reaktionsgemisch tüchtig durchgeschüttelt. Es ist ratsam, während des Schüttelns den Glasstopfen des Kolbens mehrmals etwas zu lockern, damit die den Stopfen benetzende Flüssigkeit sich erneuert. Nach Hinzufügen von etwa 0,3 g KJ wartet man rund 20 min, um sicher zu sein, daß die BrCN-Jodidreaktion quantitativ abgelaufen ist. Das frei gewordene Jod titriert man mit 0,01 n Thiosulfatlösung unter Verwendung von Stärkelösung als Indicator. — 1 ml 0,01 n Thiosulfatlösung zeigt 0,1351 mg HCN oder 0,07004 mg Cyanidstickstoff an.

Bestimmung von Nitrit. Der Destillationsrückstand enthält das gesamte Nitrit und Nitrat unverändert. Die Nitritbestimmungsmethode ist eine Vereinfachung des von uns vor längerer Zeit beschriebenen jodometrischen Verfahrens[4]. Man macht den Destillationsrückstand mit 5 ml 3%iger Boraxlösung alkalisch, ergänzt mit Wasser auf 70 ml, löst etwa 2 g KJ in der Lösung und stellt die Apparatur zusammen. In das Trichterchen des Destillieraufsatzes gießt man einige Milliliter frisch ausgekochte, also praktisch sauerstofffreie Salzsäure. Die Apparatur verbindet man durch das Seitenröhrchen des Trichters mit einer CO_2-Stahlflasche und leitet durch das Reaktionsgemisch einen CO_2-Strom, um auch Spuren von Sauerstoff zu entfernen. Als Vorlage dient der kleine Titrierkolben der Abb. 2, der mit etwa 5 ml einer 1%igen KJ-Lösung beschickt wird. Die Vorlage soll das Eindringen von Luftsauerstoff in den Destillierkolben verhindern. — Nach ungefähr 10 min langem Durchleiten von CO_2 läßt man aus dem Trichterchen etwa 2 ml 20%ige Salzsäure

Tabelle 3
Jodometrische Nitritbestimmungen

Einwaage an $NaNO_2$ (in Form einer Lösung) mg	Verbraucht 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung		Gefunden $NaNO_2$ mg	Δ %
	einzeln ml	Mittelwert ml		
	5,19			
3,581	5,18	5,19	3,580	+0,03
	5,21			
	10,41			
7,170	10,43	10,40	7,175	+0,07
	10,37			
	20,71			
14,18	20,68	20,71	14,29	+0,78
	20,74			

in das Reaktionsgemisch fließen und setzt gleich darauf das CO_2-Durchleiten fort, um das freigemachte Stickoxyd zu entfernen. Erfahrungsgemäß ist die Lösung NO-frei, wenn ein lebhafter CO_2-Strom 10 min lang durchgeleitet worden ist. Hat man richtig gearbeitet, so ist die Vorlagelösung farblos, ein Zeichen dafür, daß kein

Tabelle 4. *Bestimmung von Ammoniak, Blausäure, Nitrit und Nitrat nebeneinander*

Nummer der Versuche	Einwaage an NH_3-Stickstoff (in Form einer NH_4Cl-Lösung) mg	Verbraucht 0,02 n Säure ml	Gefunden NH_3-Stickstoff mg	Δ %	Einwaage an HCN-Stickstoff (in Form einer KCN-Lösung) mg	Verbraucht 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung ml	Gefunden HCN-Stickstoff mg	Δ %	Einwaage an NO_2-Stickstoff (in Form einer $NaNO_2$-Lösung) mg	Verbraucht 0,01 n $Na_2S_2O_3$-Lösung ml	Gefunden NO_2-Stickstoff mg	Δ %	Einwaage an NO_3-Stickstoff (in Form einer KNO_3-Lösung) mg	Verbraucht 0,02 n Säure ml	Gefunden NO_3-Stickstoff mg	Δ %
I.	2,760 (10,04 ml)	9,90	2,771	+0,40	0,695 (10,04 ml)	9,81	0,690	−0,73	1,456 (10,04 ml)	10,45	1,464	+0,55	2,824 (10,07 ml)	10,01	2,810	−0,50
		9,88				9,88				10,44				10,05		
II.	2,768 (10,07 ml)	9,90	2,774	+0,22	0,695 (10,04 ml)	9,81	0,687	−1,16	1,456 (10,04 ml)	10,43	1,461	+0,34	2,824 (10,07 ml)	10,02	2,818	−0,21
		9,90				9,81				10,43				10,09		
III.	0,549 (2,00 ml)	1,95	0,546	−0,55	0,069 (1,00 ml)	0,98	0,069	0,00	1,460 (10,07 ml)	10,44	1,464	+0,27	1,416 (5,05 ml)	5,07	1,415	−0,07
		1,94				1,00				10,47				5,03		
IV.	1,380 (5,02 ml)	4,92	1,381	+0,07	0,209 (3,01 ml)	2,98	0,210	+0,48	0,732 (5,05 ml)	5,18	0,728	−0,55	2,824 (10,07 ml)	10,05	2,824	0,00
		4,94				3,01				5,21				10,10		

Jod aus dem Destillierkolben ausgetrieben worden ist. Nun unterbricht man den Gasstrom, nimmt die Apparatur auseinander und titriert die dem Nitrit äquivalente Menge Jod mit 0,01 n Natriumthiosulfatlösung in Gegenwart von nicht mehr als 1—2 Tropfen einer 1%igen Stärkelösung als Indicator*. Sind Spuren von Jod in den Vorlagekolben geraten, so wird sein Inhalt vor der Titration mit der Hauptmenge der jodhaltigen Lösung vereinigt. — 1 ml 0,01 ml $Na_2S_2O_3$-Lösung entspricht 0,46008 mg Nitrit oder 0,14008 mg Nitritstickstoff.

Bestimmung von Nitrat. Man löst in der austitrierten Lösung 2 g festes NaOH und streut etwa 0,5 g gepulverte Devarda-Legierung in den Kolben[1]. Das Trichterchen des Destillieraufsatzes wird mit Wasser ausgespült, wieder aufgesetzt und die ganze Apparatur zusammengesetzt. Der 150 ml-Vorlagekolben (Abb. 2) wird mit 2 ml 20%iger Salzsäure und 20 ml Wasser beschickt. Nun erwärmt man das Reaktionsgemisch behutsam 1 Std, um es später bis zu einem Drittel seines Volums abzudestillieren. Bei diesem Vorgehen gelangen winzige alkalische Tröpfchen durch den im Reaktionsgemisch entwickelten Wasserstoff unvermeidlich in den Vorlagekolben. Darum wird dringend angeraten, den

* Verwendet man mehr Stärke, so schäumt das alkalische Reaktionsgemisch bei der nachfolgenden Nitratreduktion zu stark!

Inhalt des Vorlagekolbens einer zweiten Destillation zu unterwerfen. Zu diesem Zweck wird das Kühlrohr in den Vorlagekolben gespült, alsdann wird das Destillat mit 2 Tropfen Methylrotindicator versetzt. Man streut noch grobes Bimssteinpulver in den Kolben, der jetzt als Destillierkolben dient. In das Trichterchen wird 10%ige Natronlauge gegeben. Als Vorlage wird nun ein zweiter, mit 20 ml frisch ausgekochtem Wasser beschickter 150 ml-Vorlagekolben verwendet.

Man erwärmt das Reaktionsgemisch bis zum Kochen und läßt die Lauge aus dem Trichterchen zur stark alkalischen Reaktion zufließen. Man destilliert $^2/_3$ des Kolbeninhaltes ab und titriert das Ammoniak in der Vorlage direkt mit 0,02 oder 0,01 n Säure unter Verwendung von Methylrot als Indicator. Neuerdings wird die Verwendung von Raney-Nickel zur Nitratreduktion empfohlen[6]. Die Reduktion erfolgt in diesem Falle angeblich bedeutend schneller als mit Devarda-Legierung. Die Nickelmethode hat aber den Nachteil, daß eine Ammoniakentwicklung aus dem etwaigen Nitritgehalt des Reduktionsmittels zu befürchten ist.

Beleganalysen

Zur Prüfung der beschriebenen Analysen dienten gemessene Anteile von Ammoniumchlorid-, Kaliumcyanid-, Natriumnitrit- und Kaliumnitratlösungen, die etwa 1,5—3 mg Ammoniumstickstoff, 0,2—0,7 mg Cyanid-, 0,7—1,5 mg Nitrit- bzw. etwa 3 mg Nitratstickstoff enthielten.

Tab. 3 (S. 427) zeigt die Ergebnisse von Nitritbestimmungen reiner $NaNO_2$-Lösungen. Man erkennt, daß das jodometrische Verfahren recht zufriedenstellende Werte liefert.

Die Ergebnisse einiger Analysen von Vierstoffgemischen sind in Tab. 4 zusammengestellt. Es ist bemerkenswert, daß die Zusammensetzung dieser komplizierten Gemische mit einem durchschnittlichen relativen Fehler von nur $\pm$ 1% ermittelt werden kann.

Zusammenfassung

Es wird eine Arbeitsweise vorgeschlagen, welche die Bestimmung von Ammoniak, Cyanid, Nitrit und Nitrat aus derselben Einwaage im Mikromaßstab ermöglicht.

Literatur

[1] Devarda, A.: Chemiker-Ztg. **16**, 1952 (1892). — [2] Schulek, E.: diese Z. **62**, 337 (1923). — [3] Schulek, E., K. Burger u. M. Fehér: diese Z. **167**, 28 (1959). — [4] Schulek E., u. I. Floderer: diese Z. **123**, 198 (1942). — [5] Vgl. Schulek, E., u. B. Kerényi: Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **73**, 241 (1932). — [6] Simonyi, I., u. G. Tokár: Acta pharmac. hung. **27**, 17 (1957).

Prof. Dr. E. Schulek, Budapest VIII., Múzeum-körút 4/b (Ungarn)

Aus dem Laboratorium für Analytische Chemie der Universität Amsterdam (Holland)

Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse

III. Die Bestimmung von Antimon(III)*

Von

G. den Boef und A. Daalder

(Eingegangen am 17. Februar 1959)

Nach Tomiček[4] und Issa[2,3] u. Mitarb. wird Permanganat von Sb^{III}-Verbindungen in alkalischer Lösung zu Mn^{IV} reduziert. Auf Grund dieser Reaktion kann Sb^{III} quantitativ bestimmt werden. In dieser Arbeit werden wir zeigen, daß man bei Anwendung von Kaliummanganat die direkte Bestimmung geringer Antimonmengen in 0,5—4,0 m Lauge genau durchführen kann.

Experimenteller Teil

Reagentien. Über die Herstellung von Manganatlösungen wurde bereits berichtet[1]. Die Antimonitlösungen wurden hergestellt durch Lösen von Sb_2O_3 in Salzsäure und Zusatz von überschüssiger Lauge bis zur gewünschten Laugenkonzentration. Wenn man die Sb^{III}-Bestimmungen in diesen Lösungen unmittelbar nach der Herstellung durchführt, erhält man Ergebnisse, die etwas zu hoch sind. Man soll die Bestimmungen mit Manganat erst einige Stunden nach der Herstellung vornehmen.

Antimon(III)-bestimmung. 25 ml einer der Antimonitlösung ungefähr äquivalenten Manganatlösung werden in einem 250 ml-Becher mit Lauge bis zu einem Volumen von ungefähr 100 ml versetzt. Darauf setzt man 100 mg H_2TeO_4 zu und titriert mit Antimonitlösung. Das Titrationsende wird potentiometrisch festgestellt[1]. Die Gehaltsbestimmung der Manganatlösung wird mit As^{III} durchgeführt[1].

Die Resultate dieser Gehaltsbestimmungen sind in Tab. 1 wiedergegeben. Der Sb^{III}-Gehalt der Lösungen wird mit $KBrO_3$ in saurer Lösung in der üblichen Weise festgestellt.

Jede in Tab. 1 angegebene Sb-Konzentration (mit Manganat bestimmt) ist der Mittelwert aus zwei Titrationen. Der Potentialsprung am Ende der Antimonittitration mit Manganat ist noch größer als der der As^{III}-Manganatbestimmungen. Er beträgt 100 mV (in 4,0 m Lauge) bis 400 mV (in 0,5 m Lauge) je 0,1 ml Sb^{III}-Lösung.

Aus der Tabelle geht hervor, daß in dieser Weise sehr genaue Konzentrationsbestimmungen möglich sind.

Man kann auch kleine Sb^{III}-Mengen bestimmen, indem man einen Überschuß an Manganat zusetzt und den unverbrauchten Rest mit As^{III}

* II. Mitteilung: diese Z. **166**, 422 (1959).

zurücktitriert. Einige Resultate solcher Bestimmungen sind in Tab. 2 wiedergegeben.

Die umgekehrte Bestimmung von Sb^{III} durch Zusatz von Manganatlösung aus einer Bürette ist unmöglich, da man für die Sb^{III}-Lösungen

Tabelle 1

Laugenkonzentration	Konzentration der Sb^{III}-Lösung, bestimmt mit		Fehler %
	$KBrO_3$	K_2MnO_4	
0,5 m NaOH	0,01014 m	0,01013 m	− 0,1
0,5 m NaOH	0,01013 m	0,01013 m	—
1,0 m NaOH	0,01016 m	0,01018 m	+ 0,2
1,0 m NaOH	0,01017 m	0,01016 m	− 0,1
2,0 m NaOH	0,01015 m	0,01014 m	− 0,1
2,0 m NaOH	0,01011 m	0,01013 m	+ 0,2
4,0 m NaOH	0,00987 m	0,00988 m	+ 0,1
4,0 m NaOH	0,01004 m	0,01007 m	+ 0,3
2,0 m NaOH	0,003369 m	0,003376 m	+ 0,2
1,0 m NaOH	0,001630 m	0,001630 m	—
1,0 m NaOH	0,001632 m	0,001638 m	+ 0,4
2,0 m NaOH	0,001642 m	0,001648 m	+ 0,4
2,0 m NaOH	0,001642 m	0,001651 m	+ 0,55

Tabelle 2

Laugenkonzentration	Sb^{III}		Fehler %
	vorgelegt mg	gefunden mg	
1,0 m NaOH	4,959	4,957	—
1,0 m NaOH	4,965	4,985	+ 0,4
2,0 m NaOH	4,997	4,962	− 0,7
2,0 m NaOH	4,997	4,980	− 0,3

schon im 0,01 m Konzentrationsgebiet bis zu 5% zu niedrige Werte findet. Diese großen Fehler sind auf teilweise weitere Reduktion des gebildeten vierwertigen Mangans zu Mn^{III} zurückzuführen.

Zusammenfassung

Gehaltsbestimmungen von Sb^{III} in stark alkalischen Lösungen (0,5 bis 4,0 m NaOH) sind durch Oxydation mit Kaliummanganat in Konzentrationen bis zu 0,001 m Sb^{III} direkt und genau durchzuführen.

Literatur

[1] den Boef, G., J. den Boef-Nugteren u. B. van Laar: diese Z. **166**, 422 (1959). — [2] Issa, I. M., u. R. M. Issa: Chemist-Analyst **45**, 62 (1956); vgl. diese Z. **156**, 300 (1957). — [3] Issa, I. M., u. I. M. El Sherif: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 4 (1956); vgl. diese Z. **155**, 372 (1957). — [4] Tomiček, O., O. Pročke u. V. Pavelka: Collect. czechoslov. chem. Commun. **11**, 449 (1939).

Dr. G. den Boef, Laboratorium voor Analytische Scheikunde, Nieuwe Achtergracht 125, Amsterdam (Holland)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Die chelatometrische Bestimmung der Phosphorsäure über die Fällung als Zinkammoniumphosphat untersuchen M. Ishibashi und M. Tabushi[1]. Das Zinkammoniumphosphat wird in Ammoniumchlorid/Ammoniak-Puffer gelöst und kann direkt mit ÄDTA titriert werden. Die günstigsten Fällungsbedingungen sind: p_H 5,8—7,5, Ammoniumchloridkonzentration 2—3 m und 2—5facher Äquivalentüberschuß von $ZnCl_2$ gegenüber PO_4^{3-}. Bei Gegenwart von Ammoniummolybdat muß eine Umfällung vorgenommen werden, da andernfalls zu hohe Ergebnisse vorgetäuscht werden. Anwesenheit von Citrationen führt zu beträchtlichen Minderbefunden.

[1] Jap. Analyst **7**, 376—379 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Faculty of Science, Kyoto Univ. (Japan). H. Garschagen

Zur Bestimmung von Mono- (Ortho-), Di- (Pyro-) und Triphosphat aus wäßrigen Lösungen, die keine andern durch $AgNO_3$ fällbaren Ionen enthalten, verwendet A. G. Buyers[1] eine Modifikation der Methoden von R. N. Bell[2] und von A. B. Gerber und F. T. Miles[3]: Diphosphat wird direkt durch Fällung als $Zn_2P_2O_7$ bei p_H 4—4,5, Umfällen und Auswägen des geglühten Niederschlages bestimmt. Mono-, Di- und Triphosphat werden einerseits gemeinsam durch konduktometrische Titration mit $AgNO_3$-Lösung erfaßt, wobei je Mol Monophosphat 3, je Mol Diphosphat 4, je Mol Triphosphat 5 Mole Ag verbraucht werden; andererseits bestimmt man das Gesamtphosphat nach Totalhydrolyse gravimetrisch als $Mg_2P_2O_7$ auf die übliche Weise. Aus den erhaltenen Titrationsergebnissen und Auswaagen werden Mono- und Triphosphatgehalte berechnet. — Wie nicht anders zu erwarten war (vgl. [4]) und wie die Beleganalysen zeigen, ist auch diese Methode recht ungenau.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 118—122 (1958). Colgate Palmolive Co., Jersey City, N. J. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **19**, 97 (1947). — [3] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **14**, 636 (1942). — [4] Dewald, W., H. Schmidt u. K.-H. Neeb: Fette u. Seifen **56**, 105 (1954); vgl. diese Z. **149**, 287 (1956). W. Dewald

Die Extrahierbarkeit von Antimon(V)-spuren aus salzsaurer wäßriger Lösung mit organischen Lösungsmitteln untersuchen G. K. Schweitzer und L. E. Storms[1] unter Verwendung des radioaktiven Isotops ^{124}Sb bei 30° C. Die Verteilung des Antimons zwischen den beiden Phasen hängt stark von der Säurekonzentration ab und durchläuft bei Diäthyl- und Diisopropyläther ein Maximum. Durch einmalige Extraktion läßt sich das Sb mit Äthyläther bei einem Volumenverhältnis beider Phasen von 1:1 nach dem Schütteln maximal nur zu knapp 60%, bei einem Äther-Säureverhältnis von 2:1 bis zu 90% extrahieren (jeweils aus 6 n Salzsäure). Gelöste Salze verbessern im allgemeinen die Wirkung; bei einem Phasenverhältnis von 1:1 erhöht sich der extrahierbare Sb-Anteil aus 5 n Salzsäure von ursprünglich 51% z. B. bei Anwesenheit von 1,0 n LiCl auf 75%, von $MgCl_2$ auf 79%. Mit Diisopropyläther kann man bei einem Volumenverhältnis von 1:1 aus 3,0—8,1 n Salzsäure praktisch alles Sb (97—99%) auf einmal ausschütteln. Ähnlich wirksam, jedoch erst bei viel höherer Säurekonzentration (10—12 n), ist nur noch Diisoamyläther,

während Di-n-hexyläther höchstens 87% des vorhandenen Sb (aus 11,9 n Salzsäure) aufnimmt und Chloroform praktisch ganz unbrauchbar ist. — Aus spektrophotometrischen Messungen im UV geht hervor, daß in 3—6 n Salzsäure das Sb hauptsächlich als Tetrachlorodihydroxo- und als Pentachlorohydroxoantimonat(V), darüber in steigendem Maße als Hexachloroantimonat(V) vorliegt.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 154—161 (1958). Univ. Knoxville, Tenn. (USA). F. Neumann

Zur Bestimmung sehr geringer Mengen Sulfid eignet sich nach E. P. Przybylowicz und L. B. Rogers[1] vorzüglich das früher beschriebene coulometrische Titrationsverfahren[2] mit elektrolytisch erzeugtem Quecksilber(II). — *Arbeitsvorschrift.* 0,1 n Natronlauge wird 10 min mit Stickstoff von Sauerstoff befreit und zur Vermeidung von Elektroden-Adsorptionseffekten bei der Titration auf 80° C temperiert. In der früher beschriebenen Anordnung[2] wird dann an amalgierten Goldelektroden 30 sec mit 10 mA vorpolarisiert, dann eine geringe Menge Sulfid zugesetzt bis das Potential der Indicatorelektrode auf −0,5 V gegen die gesätt. Kalomelektrode abgesunken ist (ein Potential, das bei Unterschreiten infolge zu hoher Sulfidzugabe durch Entwickeln von Hg^{II}-Ionen wieder eingestellt wird) und nach Zugabe der Sulfidprobe wieder bis zur Einstellung dieses Potentials elektrolysiert. Während der Bestimmung muß mit 700 U/min gerührt werden. Mengen zwischen 0,24 und 1,1 mg Sulfid (in 100 ml) entsprechend den Stromstärken von 5—20 mA werden auf 0,2% genau analysiert, wenn eine Sulfit-Korrektur von −1,4% mit in Ansatz gebracht wird. (Der Sulfitgehalt wird polarographisch bestimmt.) Bei Gehalten von 0,06—0,24 mg/100 ml liegt der Fehler bei 2%. Auch bei Stromstärken von 50 mA ist die Stromausbeute noch 100%ig, doch setzt dann eine Störung durch Quecksilberoxydbildung ein, die vor dem Äquivalenzpunkt beginnt und nur bei Abwarten sehr langer Zeiten (30 min) eliminiert werden kann. Die Stromdichte darf grundsätzlich 2 mA/cm² nicht überschreiten. Der Einfluß von Elektrodenvorbehandlung, Temperatur und Rührgeschwindigkeit wird an Messungen diskutiert, auch der Reaktionsablauf wird erörtert.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1064—1069 (1958). Inst. of Technol., Cambridge, Mass., (USA). — [2] Przybylowicz, E. P., u. L. B. Rogers: Analyt. Chemistry **28**, 799 (1956); vgl. diese Z. **154**, 288 (1957). K. Cruse

Über die photometrische Mikrobestimmung des Schwefels nach der Methylenblaumethode berichten S. Yokosuka und S. Shirakawa[1]. Das Material mit nicht mehr als 30 μg Schwefel (in der Sulfatform) wird in einer geeigneten Destillationsapparatur (Abbildung im Original) unter Durchleiten von Stickstoff mit einem Reduktionsgemisch (Jodwasserstoffsäure, Ameisensäure und roter Phosphor) erhitzt und der entweichende Schwefelwasserstoff in einer Zinkacetatlösung absorbiert. Mit p-Aminodimethylanilin wird bei Gegenwart von Eisen(III)-chlorid die Blaufärbung entwickelt und diese bei 665 mμ photometriert. Die Farbreaktion ist besonders abhängig von der Säurekonzentration, ferner von der Menge p-Aminodimethylanilin sowie der anderen Reagentien. Verf. überprüft die optimalen Reduktionsbedingungen sowie die Gültigkeit des Beerschen Gesetzes und stellt fest, daß Cu, Zn, Co, Fe, Al, As, Sb, Bi, Sn, Pb und Mn in Mengen von je 1 mg, Ni in Mengen bis zu einigen Grammen nicht stören. S(?) und Te sollen nicht zugegen sein. Die Methode ist zur Bestimmung von noch 0,0001% Schwefel in Nickelmetall und Selen geeignet. Der Zeitbedarf für eine Bestimmung beträgt 6 Std.

[1] Jap. Analyst **7**, 368—372 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Bessi Mine Office, Gumitomo Metal Mining Co, Ltd (Japan). H. Garschagen

Colorimetrische Bestimmungsmethoden von Sulfationen unter Anwendung gefärbter Zirkonium- und Thoriumkomplexe haben A. K. Babko und L. V. Markova[1] entwickelt. Die Verfahren beruhen auf der Umsetzung: $Me^{4+}Rn^{n-} + SO_4^{2-} + nH^+ \rightleftarrows MeSO_4^{2+} + n\,HR$. Darin bedeuten Me Zirkonium oder Thorium, HR die Farbstoffe Säurechromblau K oder Alizarin. Die Reaktionen führen zu Gleichgewichten, die in acetonischer Lösung mehr zur rechten Seite verlagert sind. Es werden 3 Arbeitsweisen A, B und C empfohlen. Bei der einfachen *Arbeitsweise A* läßt man die Sulfationen bei p_H 2 auf den violetten Zr-Komplex mit *Säurechromblau K* einwirken, wobei die Farbe in das Rosa von freiem Säurechromblau K übergeht. Bei visueller Beobachtung ergibt sich eine viel größere Empfindlichkeit des Verfahrens als bei photometrischer Messung. In einer 20—40% Aceton enthaltenden Lösung können noch 2 μg SO_4^{2-} in 5 ml Lösung sicher erfaßt werden. Die *Arbeitsweise B* beruht auf der spektrophotometrischen Messung der Abnahme der Farbintensität des Zirkonium-*Alizarin*komplexes im Bereich seines Absorptionsmaximums 520—530 mμ (Grünfilter). Das frei gewordene Alizarin ist in diesem Bereich praktisch vollständig durchlässig, stört also die Messung nicht. Man arbeitet bei p_H 3,3. Die Reihenfolge der Reagenszusätze ist wichtig. Sie muß gemäß der Arbeitsvorschrift erfolgen. Die Eichkurve ist eine Gerade. 0,5 μg SO_4^{2-} in der Probe werden noch erfaßt. Bei dem *Verfahren C* wird das durch die Sulfationen aus dem Zr- oder Th-Alizarinkomplex *frei gesetzte Alizarin* mit Tetrachlorkohlenstoff ausgeschüttelt, das der Sulfatmenge äquivalent ist. Man mißt die Farbe des Alizarins in der organischen Phase, und zwar entweder die unmittelbar erhaltene gelbe Farbe oder empfindlicher die blaue Farbe, die sich beim Schütteln mit Natronlauge ergibt (Empfindlichkeit 5 μg SO_4^{2-} in 5 ml Lösung). Bei allen Arbeitsweisen stören Fluoride und Phosphate, Sulfit reagiert wie Sulfat. Cl, Na, K, Ca, Mg, Fe^{III} und Ce^{III} stören nicht. — *Arbeitsweisen. A.* Man versetzt 0,2—2 ml der 1—60 μg SO_4 enthaltenden Lösung (p_H 5) mit 2 ml Zr-Chromblaukomplexlösung [hergestellt aus 5 ml 0.001 m Zirkoniumnitratlösung, 20—25 ml Pufferlösung p_H 2 (1 Vol. 0,2 m Salzsäure + 1 Vol. 0,2 m Glykokollösung) und 2,5 ml 0,01 m (0,6%ige) Säurechromblau K-Lösung, mit Pufferlösung auf 50 ml aufgefüllt]. Die Lösung wird mit Wasser auf 5 ml ergänzt. Die Farbe wird visuell mit der von gleichartig behandelten, K_2SO_4-Standardlösungen verglichen. Die relativen Fehler betragen etwa $\pm$ 10%. — *B.* Man mischt 0,2—2 ml der Sulfatlösung (mit Wasser auf 2 ml ergänzt) mit 2 ml 0,001 m Zr-Nitratlösung, 2 ml Pufferlösung p_H 3,3 (1 Vol. 0,2 m Salzsäure + 9 Vol. 0.2 m Glykokollösung), 4 ml Aceton und 2 ml 0,001 m acetonische Alizarinlösung, erwärmt 15 min lang in Wasser von 50—53° C, kühlt ab und mißt bei 520—530 mμ. Der mittlere relative Fehler beträgt $\pm$ 9%. — *C.* Die bei B erhaltene Lösung wird mit 2 ml CCl_4 3—5 min geschüttelt. Die abgetrennte gelbe organische Phase wird mit Aceton auf 5 ml aufgefüllt und mit Blaufilter Nr. 2 gemessen. Zur Erhöhung der Empfindlichkeit versetzt man die Lösung mit 2—3 ml Äthyläther und schüttelt energisch mit 5 ml 1%iger Natronlauge. Aus der alkalischen blauen Lösung wird der Äther durch 5—7 min langes Erhitzen auf 40—50° C entfernt, worauf man unter Verwendung von Grünfilter photometriert. Der mittlere Fehler beträgt $\pm$ 14%. Ähnlich kann mit dem Thoriumalizarinkomplex gearbeitet werden.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 524—528 (1958) [Russisch]. Inst. allg. anorg. Chem., Akad. Wiss. Ukrain. SSR. A. v. Wilpert

Die Trennung von Sulfat, Sulfit, Thiosulfat und Sulfid führt A. Iguchi[1] mittels *Ionenaustauschchromatographie* aus. Es werden die Verteilungskoeffizienten der Anionen in Abhängigkeit von der Konzentration des Eluiermittels (Natriumnitrat), vom p_H-Wert und vom Zusatz organischer Lösungsmittel (Aceton) bestimmt, und daraus ergibt sich folgende *Vorschrift. 1. Bei Abwesenheit von Sulfid.* Etwa 5 g eines stark basischen Anionenaustauschers (Diaion SA 100 [100—200 mesh]) in Nitrat-

form in einer Säule von 0,7 cm Durchmesser und 17 cm Länge werden mit den Anionen beladen. Mit 0,1 m Natriumnitratlösung, die mit Ammoniak auf p_H 9,7 eingestellt ist, wird zuerst Sulfit, dann Sulfat eluiert. Das Thiosulfat wird durch 1 m Natriumnitratlösung abgelöst. — *2. Bei Anwesenheit von Sulfid.* In der gleichen Säule werden Sulfit und Sulfid nacheinander durch eine Lösung, die 30 Vol-% Aceton enthält, 0,1 m an Ammoniumnitrat ist und durch Ammoniak auf p_H 9,7 eingestellt ist, eluiert. Dann folgt das Sulfat durch Elution mit 0,1 m Natriumnitratlösung und schließlich das Thiosulfat durch 1 m Natriumnitratlösung. Sulfat wird gravimetrisch als Bariumsulfat bestimmt, die anderen Anionen werden mit Jodlösung titriert. — Das schnell und leicht ausführbare Verfahren liefert gute Werte.

[1] Bull. chem. Soc. Jap. **31**, 600—605 (1958). Univ. Tokyo (Japan). R. KLEMENT

Die Trennung der Polythionate durch Anionenaustauscher untersucht A. IGUCHI[1]. Die Bestimmung des Verteilungskoeffizienten in Salzsäure verschiedener Konzentration zeigt, daß dieser mit der Zahl der Schwefelatome ansteigt. Er ist fast unabhängig vom p_H-Wert, nimmt aber mit der Porengröße des Harzes etwas zu. Nach dem Eluieren werden die einzelnen Fraktionen dann in bekannter Weise analysiert und zwar wird *Dithionat* nach der Oxydation mit Bromat in saurer Lösung als $BaSO_4$ gefällt. *Tri-*, *Tetra-* und *Pentathionat* werden mit Kaliumjodat titriert. — *Ausführung.* 2,16 g des Austauschers Dowex 1X2 in der Chloridform werden in eine Säule von 0,9 cm Durchmesser und 11 cm Länge gefüllt. Aus dem Polythionatgemisch wird das Dithionat mit 1 n Salzsäure eluiert. Andere Sauerstoffsäuren des Schwefels gehen vor dem Dithionat in Lösung. Anschließend wird Trithionat mit 3 n Salzsäure, Tetrathionat mit 6 n und Pentathionat mit 9 n Salzsäure eluiert. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll $< 0{,}1$ ml/min betragen. — Das Verfahren wurde zur Analyse der Wackenroderschen Flüssigkeit verwendet; ein kleiner Rest, der dabei noch auf der Säule blieb, wurde mit 12 n Salzsäure herausgelöst und als Hexathionat in Rechnung gestellt.

[1] Bull. chem. Soc. Jap. **31**, 597—600 (1958). Univ. Tokio (Japan). G. DENK

Polarovoltrische Methode zur Halogenidbestimmung in verdünnter Lösung. W. WALISCH und M. R. F. ASHWORTH[1] zeigen, daß sich die früher ausführlich beschriebene „Polarovoltrie[2]" vorzüglich zur Halogenidbestimmung in sehr geringer Konzentration eignet. Es werden zwei *Verfahren* angegeben: Bei Titration von 0,02 n Halogenidlösungen mit 0,1 n Silbernitratlösung werden 10 Tr. gesätt. Bariumnitratlösung je 20 ml zugesetzt, womit einerseits ein ausreichender Leitsalzgehalt, amdererseits eine beschleunigte Flockung der Fällung erzielt wird. 0,004 n Halogenidlösungen werden mit einem Zusatz von 10 Tr. 1%iger mit Kaliumnitrat gesätt. Gelatinelösung titriert (mit 0,02 n Silbernitratlösung), wodurch außerdem auch die störende Bedeckung der Elektroden durch die Fällung verhindert wird. — Bei Titration der verdünnteren Lösungen wird zunächst bis zum Äquivalenzpunkt titriert, dann aber wird die Lösung (z. B. auf das doppelte) verdünnt — am besten durch Zugabe einer indifferenten Elektrolytlösung etwa gleicher Konzentration — und nunmehr das Titrationsergebnis „korrigiert", indem durch Zugabe von Halogenidlösung (notfalls von Silbernitratlösung) zurücktitriert wird. Nach dieser Methode läßt sich eine Änderung der Silberionenkonzentration von 10^{-6} mol/l noch ablesen. Der Fehler der Bestimmungen liegt bei $\pm$ 0,2%. Vorausgesetzt ist, daß Rührgeschwindigkeit (500 U/min) und Elektrodengröße (Draht 2 cm $\times$ 0,3 mm) konstant gehalten werden. — Das Korrekturverfahren wird auch hinsichtlich der theoretischen Zusammenhänge diskutiert.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 632—637 (1958). Univ. Saarbrücken (Saarland). — [2] WALISCH, W.: Chim. analytique **39**, 63 (1957); vgl. diese Z. **159**, 56 (1957/58).

K. CRUSE

Über die Fehler, die bei der Bestimmung kleiner Mengen Fluor auftreten können, berichten S. W. Souci, K.-E. Quentin und J. Indinger[1]. Schon beim Eindampfen können Fluorverluste auftreten, wenn die Lösungen sauer sind. Organische Substanzen müssen bei einer Temperatur von 550—600° C verascht werden, wobei ebenfalls für alkalische Reaktion zu sorgen ist, z. B. durch Zusatz von CaO oder $Ca(OH)_2$. Das aufgeschlossene Gut darf keine freie Kohle mehr enthalten. Hochfluorierte Kohlenwasserstoffe sind so beständig, daß sie häufig selbst durch eine Natriumperoxydschmelze nicht völlig zersetzt werden. Für die Wasserdampfdestillation, die bei 135° C durchzuführen ist und bei der hauptsächlich HF übergeht, wird in erster Linie verdünnte Perchlorsäure empfohlen. Die Säurekonzentration muß konstant gehalten werden. Störend kann dabei ein hoher Gehalt an Silicat oder Aluminium wirken, wie er in Bodenproben oder Pflanzenaschen vorliegt. Es muß dann länger destilliert oder vorher eine Soda- bzw. Alkalischmelze durchgeführt werden. Auch zweimalige Destillation, erst mit Schwefelsäure oder Phosphorsäure bei 150—160° C und dann mit Perchlorsäure bei 135° C kann zum Ziele führen. Die anderen Halogene müssen bei der Destillation als Silbersalze ausgefällt werden; größere Niederschlagsmengen können aber Fluorid einschließen. Die Störung durch höhere Manganoxyde wird durch einige Tropfen 3%iges Wasserstoffperoxyd behoben. — Durch diese Methoden werden alle Ionen entfernt, die bei der eigentlichen Fluoridbestimmung durch Bildung von Niederschlägen oder Komplexverbindungen stören würden. Hierzu gehören hauptsächlich Ca^{2+}-, Al^{3+}-, Fe^{3+}-, SO_4^{2-}- und HPO_4^{2-}-Ionen. — Auch auf den Fluorgehalt der Reagentien ist zu achten. Die verschiedenen Methoden der eigentlichen Fluorbestimmung werden vergleichend besprochen.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u.-Forsch. **108**, 53—61 (1958). Univ. München und Dtsch. Forschungsanst. Lebensmittelchem., München. G. Denk

Freies Chlor läßt sich nach D. Ceauşescu[1] durch konduktometrische Titration mit Kaliumjodidlösung (0,01 n) bestimmen. Während der Reaktion $3Cl_2 + J^- + 3H_2O = JO_3^- + 6Cl^- + 6H^+$ nimmt die Leitfähigkeit zu, während sie in der Folgereaktion $JO_3^- + 5J^- + 6H^+ = 3J_2 + 3H_2O$ abnimmt, da H^+-Ionen verschwinden. Das Maximum der Leitfähigkeit, welches nach Ablauf der ersten Teilreaktion auftritt, wird als Äquivalenzpunkt genommen.

[1] Studii Cercetări Chim. (Cluj) **8**, 281—284 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Inst. igienă R.P.R., Fil. Timişoara (Rumänien). G. Denk

Die maßanalytische Bestimmung von Bromid mit Bromat in saurer Lösung gelingt nach L. Szekeres[1] nach folgender *Arbeitsvorschrift.* 10 ml einer ungefähr 0,02—0,1 n Bromidlösung werden mit 15 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung und 25 ml 2 n Schwefelsäure versetzt. Nach 15 min werden 10 ml 5 n Natronlauge und 3 g Natriumhydrogencarbonat zugegeben. Zur Zerstörung des gebildeten Natriumhypobromits wird die Lösung mit 10 ml 0,2 n Natriumformiatlösung 15 min auf dem Wasserbade erwärmt. Nach Abkühlen und Zugabe von 20 ml 2%iger Kaliumjodidlösung und 15 ml konz. Salzsäure wird das freigesetzte Jod mit 0,05—0,1 n Natriumthiosulfatlösung gemessen. Bromid kann neben großen Mengen Chlorid bestimmt werden, Jodid stört.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **64**, 163—165 (1958) [Ungarisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Agrarwiss. Univ., Budapest. J. Plank

Die Eisen(III)-komplexe mit 2,2′-Dipyridyl und einigen seiner 4,4′-disubstituierten Derivate in Eisessiglösung haben W. M. Banick jr. und G. F. Smith[1] in Zusammenhang mit entsprechenden Untersuchungen der Eisen(II)-komplexe[2] spektrophotometrisch untersucht. 2,2′-Dipyridyl bildet mit Eisen(III) in Eisessig einen

stabilen gelbgrünen Komplex mit dem Molverhältnis Fe^{III}:Ligand = 1:1,60 (2:3). Die Lösungen besitzen ein starkes Absorptionsmaximum im Bereich 250—350 mμ. Der Eisen(III)-komplex von Diphenyl-2,2′-dipyridyl hat die größte molare Absorption von allen untersuchten 4,4′-disubstituierten Dipyridylen.

[1] Talanta (London) **1**, 153—158 (1958). Univ. Urbana, Illinois (USA). — [2] Smith, G. F., u. W. M. Banick jr.: Anal. chim. Acta, im Druck; W. M. Banick jr. u. G. F. Smith: Anal. chim. Acta (im Druck). A. Kurtenacker

Die Polarographie von Histidinkomplexen mit Co^{II} und Co^{III} hat B. Jaselskis[1] ausführlich und in Abhängigkeit vom p_H-Wert untersucht. Dabei wird festgestellt, daß der Co^{II}-Komplex mit 2 Mol Histidin bei einem p_H-Wert > 5,5 auch eine anodische Stufe zeigt, deren Halbstufenpotential mit weiter steigendem p_H-Wert negativer wird und gegen die gesätt. Kalomelelektrode dem Wert −0,205 V zustrebt. Als Ursache dieser Stufe ist die Oxydation des ungeladenen Komplexes zum Co^{III}-Komplex anzusprechen, die reversibel erfolgt. Die erste kathodische Reduktionsstufe des Co^{III}-Komplexes besitzt das gleiche Halbstufenpotential. Die Polarographie der Co^{II}-Komplexe von Histidinmethylester und von Histamin läßt bei p_H-Werten > 8 aus einer ähnlichen anodischen Stufe auf eine Oxydation ungeladener Hydroxokomplexe als Elektrodenreaktion schließen.

[1] J. Amer. chem. Soc. **80**, 1283—1285 (1958). Univ. Ann Arbor, Mich. (USA). K. Cruse

Die Isolierung von trägerfreiem Ruthenium aus Produkten der Uranspaltung hat T. Kambara[1] durch 15 min lange Destillation der Spaltprodukte-Mischung in schwefelsaurer Lösung bei Anwesenheit von Bleidioxyd erfolgreich vornehmen können. Die Ausbeute an trägerfreiem Ruthenium ist höher als bei allen anderen bekannten Methoden. Der Dekontaminierungsfaktor beträgt $2 \cdot 10^5$.

[1] Jap. Analyst **7**, 439—441 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Shizuoka Univ. (Japan). Klaus Brodersen

Die Trennung von Rhodium und Iridium ist E. W. Berg und W. L. Senn jr.[1] in Fortführung ihrer Arbeiten[2] durch Anwendung der Methode der vielfachen, fraktionierten Extraktion[3] gelungen. Die Verwendung der Craig-Verteilung führte hier nicht zum Erfolg, weil das Iridium sich nur im oxydierten Zustand extrahieren läßt und daher nach jeder Extraktion eine Oxydation der wäßrigen salzsauren Lösung vorgenommen werden muß. Man extrahiert in eine Mischung aus Salzsäure, Kochsalz und Tributylphosphat[2]. Es gelingt nach dieser Methode, eine Mischung aus 2,66 mg Iridium und 3,7 mg Rhodium quantitativ zu trennen, wobei 99% des Rhodiums in der wäßrigen Phase gewonnen und 94% des eingesetzten Iridiums aus der organischen Phase erhalten werden können. — *Ausführung.* Man dampft die Probelösung auf dem Dampfbad zur Trockne ein, löst den Rückstand in mit Kochsalz gesätt. 6 n Salzsäure und kocht nach Zusatz von 1 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung einige Zeit. Nach dem Abkühlen verdünnt man in einem Scheidetrichter mit der Kochsalz-Salzsäuremischung auf 15 ml, schüttelt mit 14 ml Tributylphosphat und folgt nun dem Verteilungsschema von Bush und Densen[3], wobei vor jeder neuen Extraktion das Aufkochen mit Perhydrol vorgenommen werden muß. Aus der organischen Phase lassen sich die Edelmetalle mit 15 ml einer mit Natriumnitrat gesätt. 25%igen Salpetersäure nach 3 bis 5maliger Extraktion quantitativ zurückerhalten.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 109—113 (1958). State Univ., Baton Rouge, La. (USA). — [2] Berg, E. W., u. W. L. Senn jr.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 12 (1958); vgl. diese Z. **166**, 157 (1959). — [3] Bush, M. T., u. P. M. Densen: Analyt. Chemistry **20**, 121 (1948). Klaus Brodersen

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Zur turbidimetrischen Bestimmung von Mikromengen Schwefel in Selen wird nach S. Yokosuka und S. Shirakawa[1] die Probe in Salpetersäure-Salzsäure gelöst und das Selen mit Hilfe von Bromwasserstoffsäure verflüchtigt. Schwefelsäureverluste werden durch Zugabe von Natriumnitrat verhindert. Die turbidimetrische Messung wird in schwach salpetersaurer Lösung bei Anwesenheit von 65% Äthanol-Propylenglykol (1 : 1) durchgeführt. Zur Fällung dient eine 0,25 m Bariumchloridlösung (ebenfalls in Äthanol-Propylenglykol). Unter diesen Bedingungen ist das Verhältnis Lichtabsorption zur Sulfatkonzentration am günstigsten. Schwefelgehalte bis herab zu 0,0005% können mit einem Fehler von $\pm$ 4% innerhalb 8 Std bestimmt werden.

[1] Jap. Analyst **7**, 363—368 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Bessi Mine Office, Sumitomo Metal Mining Co., Ltd (Japan). H. Garschagen

Zur photocolorimetrischen Kieselsäurebestimmung in den beim elektrischen Schweißen verwendeten Flußmitteln (die im Wesentlichen aus Flußspat bestehen) empfehlen V. F. Malcev und L. P. Lukjanenko[1] das folgende Verfahren. Der Aufschluß erfolgt mit einem Borax-Pottaschegemisch. Beim Lösen der Schmelze in Schwefel- oder Salpetersäure fällt Braunstein aus, der mit Thioharnstoff reduziert und so in Lösung gebracht wird. Die Reduktion des gelben Silicomolybdatkomplexes erfolgt ebenfalls mit Thioharnstoff, diese Reduktion wird durch Kupfersalze (5 bis 25 mg Cu) katalytisch beschleunigt. — *Analysengang.* 0,1 g des feingepulverten Flußmittels werden etwa 20 min bei 950—1000° C in einem geschlossenen Platintiegel mit 4 g Kaliumcarbonat und 2,5 g Borax aufgeschlossen. Die Schmelze wird in dem Gemisch von 350 ml Wasser, 7 ml konz. Schwefelsäure und 6 ml vorher filtrierter 7%iger Thioharnstofflösung gelöst. Man füllt mit Wasser auf 500 ml auf und entnimmt 3 ml in einen 100 ml-Meßkolben. Dazu gibt man 17 ml 0,15 n Schwefelsäure sowie 5 ml frisch hergestellte 5%ige Ammoniummolybdatlösung und läßt zur Bildung des gelben Silicomolybdats 3 min stehen. Zur Zerstörung des Phosphormolybdatkomplexes versetzt man dann mit 15 ml 8 n Schwefelsäure, gibt dazu 5 ml Kupfersalzlösung (5 mg Cu je Milliliter) und 25 ml Thioharnstofflösung, füllt mit Wasser auf und mißt nach 3 min den blauen Komplex in einer 10 mm-Küvette mit einem Rotfilter. Eine Blindprobe der Reagentien ist gleichartig durchzuführen. Die Eichkurve wird mit Flußmitteln bekannten SiO_2-Gehalts wie üblich aufgenommen. Eine Bestimmung dauert 45 min, der Fehler übersteigt nicht 0,5%.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 537—538 (1958) [Russisch]. Wiss. Forsch.-Inst. f. Röhren. K. Hertzog

Die Bestimmung des Zinkgehaltes in Nickelelektrolyten gründen I. R. Kljačko und A. D. Vinogradova[1] auf die Farbänderung von Methylviolett bei Zusatz von Zinksalz. Die grüne Farbe der Nickellösungen stört den Nachweis nicht. Die Empfindlichkeit der Reaktion liegt bei 0,0005% Zink, der zulässige Höchstgehalt der Nickelbäder beträgt 0,005% Zink. — *Analysengang.* In einem Reagensglas mischt man 25 Tr. Wasser, 5 Tr. gesätt. Weinsäurelösung, 2 Tr. Salzsäure (D 1,2), 4 Tr. 20%ige Ammoniumrhodanidlösung und 6 Tr. 0,06%ige Methylviolettlösung. Den Inhalt des Glases teilt man in drei Teile: Einen läßt man als Vergleich stehen, zum anderen gibt man 2 Tr. der zu untersuchenden Nickelbadlösung. Bei Anwesenheit von Zink geht die Farbe der Lösung von Blaugrün in Violett oder bei geringen Zinkgehalten in Blau über, das bedeutet, daß die Zinkkonzentration gleich oder höher als $5 \cdot 10^{-4}$% ist. Wenn man bestimmen will, ob der Zinkgehalt höher als zulässig ist, verdünnt man die Elektrolytlösung auf das

zehnfache und gibt 2—3 Tr. dieser Lösung in den dritten Teil des oben beschriebenen Reagenses. Ein Farbumschlag von Blaugrün nach Violett zeigt einen Zinkgehalt von mindestens $5 \cdot 10^{-3}$ % an und das Nickelbad muß ausgewechselt werden. Zur quantitativen Bestimmung höherer Zinkgehalte stellt man das Reagens wie oben her, teilt in drei Teile, verdünnt die Elektrolytlösung auf das 20-, 30- und 40fache und wiederholt die Bestimmung wie oben beschrieben. Wenn z. B. der Farbumschlag bei der auf das 30fache verdünnten Lösung eintritt, bei der 40fach verdünnten Lösung aber schon nicht mehr, beträgt der Zinkgehalt des Bades: $0{,}0005 \cdot 30 = 0{,}015$ oder $1{,}5 \cdot 10^{-2}$ %.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 540—541 (1958) [Russisch]. Polygraphisches Inst. Moskau. H. Nieswand

Bestimmung des assimilierbaren Phosphors im Superphosphat. Für die *gravimetrische Bestimmung* extrahieren C. Liteanu, M. Vancea und M. Voluşniuc[1] mit 3%iger Essigsäure (mit der die gleiche Menge gelöst wird wie mit der Citratlösung von Petermann) und fällen dann das Phosphat mit *Wismutnitratlösung*[2]. Nach dem Verfahren werden ebenso gute Werte erhalten, wie bei der Fällung als Ammoniummagnesiumphosphat oder Ammoniumphosphormolybdat, das Verfahren hat jedoch den Vorzug, daß es sehr rasch, in etwa 1/2 Std, durchgeführt werden kann. — *Ausführung.* Man verreibt 2,5 g der Probe dreimal mit je 25 ml Wasser, gießt die Lösung jeweils durch ein Filter und verdünnt die vereinigten Filtrate auf 250 ml. Das Filter mit Rückstand schüttelt man in einem 250 ml-Meßkolben mit 10 ml 3%iger Essigsäure, erwärmt 30 min auf 60° C, füllt nach dem Abkühlen zur Marke auf und filtriert. Zur Fällung des Phosphats bringt man die Lösungen mit Salpetersäure auf p_H 0,6—0,7, entsprechend einer HNO_3-Konzentration von 0,2 m, fällt in der Wärme mit Wismutnitratlösung (siehe unten), filtriert nach dem Absitzen (Blaubandfilter oder Filtertiegel G4), wäscht 3—4mal mit 2%iger Salpetersäure und kann den Rückstand entweder durch Glühen in $BiPO_4$ überführen oder nach dem Trocknen als $BiPO_4 \cdot 1/3\ H_2O$ wägen. — Zur Darstellung der *Reagenslösung* verreibt man 7,5 g Bismutylnitrat mit 7,5 ml Wasser und 6 ml 65%iger Salpetersäure, verdünnt mit 2%iger Salpetersäure auf 1064 ml und filtriert.

Nach M. Vancea und M. Voluşniuc[3] kann die Phosphatbestimmung mit Wismutnitrat auch *maßanalytisch* erfolgen. Die mit Essigsäure-Natriumacetat gepufferten, wäßrigen oder essigsauren Extrakte werden mit 1 ml einer Lösung von 0,01 g Dithizon in 100 ml Chloroform versetzt und mit Wismutnitratlösung [7,5 g $Bi(NO_3)_3 \cdot 5\ H_2O$ werden in der gleichen Menge Wasser unter Zusatz von 6 ml 65%iger Salpetersäure gelöst und auf 1064 ml mit 2%iger Salpetersäure verdünnt] bis zum Umschlag von Grün nach Grau titriert. Die Werte sind ebenso gut wie bei der Bestimmung als NH_4MgPO_4. — Die Maßlösung wird in gleicher Weise gegen eine Phosphatlösung bekannten Gehalts eingestellt.

Ein Verfahren zur *Phosphattitration mit Bleiacetat gegen Dithizon als Indicator* bringen M. Vancea und M. Volusniuc[4] in einer weiteren Arbeit. In den wäßrigen und essigsauren Auszügen der Probe, die mit einer 0,1 n Lösung von Essigsäure-Natriumacetat (1 : 1) gepuffert werden, wird zunächst das Sulfat mit einer gesätt. Lösung von Bariumnitrat gefällt. Dann wird 1 ml einer Lösung von Dithizon in Chloroform (0,01 g in 100 ml) hinzugegeben und mit 0,05 n Bleiacetatlösung bis zum Umschlag von Grün nach Violett titriert.

[1] Studii Cercetări Chim. (Cluj) **8**, 251—260 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Acad. R. P. R., Fil. Cluj (Rumänien). — [2] Vancea, M., C. Liteanu u. M. Voluşniuc: Studii Cercetări Chim. (Cluj) **7**, 101 (1956); vgl. diese Z. **164**, 262 (1958). — [3] Studii Cercetări Chim. (Cluj) **8**, 265—268 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) — [4] Studii Cercetări Chim. (Cluj) **8**, 261—264 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) G. Denk

Bodenuntersuchung. *Zur colorimetrischen Bestimmung des pflanzenaufnehmbaren Bors im Boden mittels 1,1'-Dianthrimids* beschreibt W. Oelschläger[1] eine Schnellmethode und benutzt dabei die Heißwasserextraktion nach K. C. Berger und E. Truog[2] und die Bildung des blaugrünen Bor-Dianthrimidkomplexes nach G. H. Ellis, E. G. Zook und O. Baudisch[3]. — *Arbeitsweise.* Man kocht 25 g Boden mit 50 ml Wasser 5 min am Rückflußkühler in einem 250 ml-Rundkolben, versetzt nach dem Erkalten mit 5 Tr. 10%iger Magnesiumsulfatlösung und filtriert durch ein 15 cm-Weißbandfilter (Schl. & Sch. 589[2]). 10 ml des Filtrates (bei geringem Borgehalt mehr) versetzt man in einer Neubauerschale mit 1 ml 10%iger Diammoniumhydrogenphosphatlösung, dampft auf dem Wasserbad bis zur Trockne ein, gibt 2 ml konz. Schwefelsäure hinzu, bringt die Schale in einen Trockenschrank bei 100° C und oxydiert nach etwa 15 min unter Zugabe von etwa 500 mg Ammoniumpersulfat die Lösung bis zur Farblosigkeit. Nach weiteren 20 min verrührt man mit einem Glasstab etwa 100 mg Hydrazinsulfat, läßt die Schale noch 20 min im Trockenschrank, gibt dann bei gedämpften Tageslicht 20 ml einer 0,01%igen Dianthrimidlösung (9 Teile konz. Schwefelsäure + 1 Teil Wasser) unter Umrühren hinzu und bringt die Lösung in einen 50 ml-Erlenmeyerkolben. Diesen stellt man zusammen mit den Eichlösungen 3 Std bei 90° C in den Trockenschrank und mißt die Extinktion nach Aufbewahrung der Lösungen im Dunkeln und Abkühlung im Exsiccator auf Zimmertemperatur in einer 2 cm-Küvette bei 630 mμ gegen Wasser. Die Eichlösungen (0, 1, 2, 4 und 6 μg Bor als Borsäure, 1 ml = 1 μg Bor) versetzt man in Neubauerschalen wie oben mit 1 ml 10%iger Diammoniumhydrogenphosphatlösung und bringt sie in gleicher Weise wie die Probe durch den Analysengang. Die Menge an Bor, welche sich bei 5 min Kochen in 50 ml Wasser aus dem Glas der Extraktionsapparatur löst, zieht man von den an der Eichkurve abgelesenen Bormengen ab. Ist ein Blindwert einer Glassorte festgestellt, genügt bei täglichem Gebrauch eine monatliche Prüfung.

[1] Landwirtsch. Forsch. **11**, 45—52 (1958). Landwirtsch. Hochschule Hohenheim. — [2] Ind. Eng. Chem., anal. Edit. **11**, 540 (1939). — [3] Analyt. Chemistry **21**, 1345 (1949); vgl. diese Z. **131**, 370 (1950). W. Grütz

Zur colorimetrischen Kobaltbestimmung im Boden und Gesteinen mit 2-Nitroso-1-naphthol stellt man nach L. J. Clark[1] den Co-Komplex mit 2-Nitroso-1-naphthol her und schüttelt diesen in Amylacetat aus. So gelingt die Kobaltbestimmung neben Cu, Fe, Mn, Ni, Pd und Sn ohne vorhergehende Trennung. — *Arbeitsweise.* 2 g des Bodens oder des Gesteines werden mit 4 g Soda geschmolzen. Die Schmelze wird in verd. Salzsäure gelöst und nach Abscheiden der Kieselsäure, Filtration und Waschung das Filtrat auf 100 ml gebracht. Im Filtrat sollen 6 ml konz. Salzsäure enthalten sein. 10 ml des Filtrates, mit 0—10 μg Kobalt, werden in einem 125 ml-Scheidetrichter mit 0,5 ml gesätt. Bromwasser oxydiert. Nach Zufügen von 10 ml einer 20%igen Ammoniumcitratlösung, 1 ml 10%iger Thiosulfatlösung und 1 Tr. Phenolphthalein wird mit konz. Ammoniak tropfenweise bis zur Phenolphthaleinfärbung neutralisiert. Man pipettiert nun 2 ml einer 0,04%igen 2-Nitroso-1-naphthollösung (0,04 g in 8 Tr. 1 n Natronlauge und 1 ml Wasser gelöst, auf 100 ml verdünnt) und 5 ml Isoamylacetat hinzu, schüttelt 1 min und läßt 1 Std stehen. Die Acetatphase wird nun wie folgt behandelt: Man schüttelt mit 5 ml 1 n Salzsäure 30 sec, läßt 2 min stehen und wiederholt das Schütteln noch 3 mal. Danach verwirft man die wäßrige Phase. Mit 2 mal je 5 ml 1 n Natronlauge wird 2 mal wie oben geschüttelt und danach nochmals mit 5 ml 1 n Salzsäure 2 mal. Diese Serie von Ausschüttelungen verleiht dem Kobaltkomplex Stabilität. Nach Filtration der Acetatphase durch Watte in eine 12×75 mm-Küvette wird die Färbung bei 530 mμ gemessen und mit Standardlösungen von 0—10 μg Kobalt verglichen. Die Messungen können im Spektrophotometer mit einer Genauigkeit von 0,1 μg

Kobalt in 10 ml Lösung ausgeführt werden. — Kobalt kommt im Boden und in Gesteinen im allgemeinen in Mengen unter 50 μg je Gramm Substanz vor. Im Mittel findet man weniger als 10 μg Kobalt in 1 g Boden.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1153—1156 (1958). Fertilizer a. Agricult. Lime Section, Beltsville, Md. (USA). W. Grütz

Die flammenphotometrische Calciumbestimmung in Pflanzen wird in der Hauptsache durch die Gegenwart von Aluminium-, Eisen-, Sulfat-, Phosphat- und Nitrationen gestört. K. Scharrer und K. Mengel[1] schlagen vor, durch Ionenaustauscher die störenden Ionen vor der Analyse abzutrennen. — *Arbeitsvorschrift.* 0,5—1 g Pflanzensubstanz werden bei 450—550° C verascht, die Asche wird mit 10 ml heißem Wasser und 0,4—0,8 ml 2,5 n Salzsäure aufgenommen, so daß die Aschelösung ungefähr den p_H-Wert 1 besitzt. Wenn notwendig, wird filtriert und dann auf 100 ml aufgefüllt. Die Lösung hat dann einen p_H-Wert von ungefähr 2, so daß mit einem Dowex 2-Austauscher in Citratform (2,75 mm ⌀ und 11 cm Säulenlänge) Aluminium und Eisen abgetrennt werden können, ohne daß Alkali- und Erdalkaliionen adsorbiert werden. Die Sulfat-, Phosphat- und Nitrationen werden dabei durch Citrationen ausgetauscht, die allerdings ebenfalls die Ca-Analyse stören. Deshalb lassen die Verff. das Eluat unmittelbar auf einen Lewatit S 100-Austauscher gleicher Abmessung auftropfen, in dem die restlichen Kationen zurückgehalten werden. Insgesamt werden 5—10 ml der Ausgangslösung mit einer Fließgeschwindigkeit von 2—3 ml/min durch die Säulen passiert. Die Dowexsäule wird noch mit zweimal 5—10 ml Wasser bei max. Fließgeschwindigkeit gespült. Danach wird die Lewatitsäule solange mit Wasser gespült, bis die auslaufende Flüssigkeit keine saure Reaktion mehr zeigt. Anschließend wird mit 2,5 n Salzsäure bei einer Fließgeschwindigkeit von 1—2 ml/min eluiert. (Die Verff. weisen besonders darauf hin, daß Luftblasen in der Säule vermieden werden müssen.) Der Ca-Gehalt im Eluat wird dann flammenphotometrisch mit dem Zeiss-Spektralphotometer bestimmt. Zur Anregung wird eine Knallgasflamme benutzt und die Intensität der Ca-Linie bei 554 mμ mit einer Spaltbreite von 0,01 mm gemessen. Im Eluat kann außerdem auch Kalium flammenphotometrisch bestimmt werden. — Die Verff. führten eine Serie von Kontroll- und Vergleichsanalysen durch, die gute Ergebnisse zeigten.

[1] Z. Tierphysiol., Tierernähr. u. Futtermittelkunde **13**, 142—154 (1958). Justus-Liebig-Univ., Gießen. F. Rosendahl

Zur polarographischen Bestimmung von Eisen, Kupfer, Zink und Mangan in Pflanzenasche trennt K. Yamamoto[1] diese Metalle zunächst extraktiv in 2 Paare, wobei gleichzeitig eine Konzentrierung stattfindet. *Eisen* und *Kupfer* schüttelt man aus der salzsauren Aschenlösung mit Kupferron in Chloroform aus, zerstört das organische Material durch Einkochen mit Salpetersäure und Schwefelsäure, nimmt den Rückstand in verd. Salzsäure auf und polarographiert einen aliquoten Teil der Lösung in Gegenwart von Äthylendiamintetraacetat und Natriumacetat bei einem p_H-Wert von 6,2. — *Zink* und *Mangan* extrahiert man mit einer Lösung von Natriumdiäthyldithiocarbaminat in Chloroform aus der eisen- und kupferfreien Aschenlösung, nachdem man ihren p_H-Wert mit Ammoniak und Weinsäure auf 5,6 gebracht hat, kocht den Extrakt ebenfalls mit Salpetersäure und Schwefelsäure ein, löst den Rückstand, leitet Schwefeldioxyd durch die Lösung und polarographiert einen aliquoten Teil nach dem Einstellen des p_H-Wertes auf 6,2 durch Hinzufügen von Lithiumchlorid und -hydroxyd.

[1] Jap. Analyst **7**, 343—346 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Univ. Tohoku (Japan). F. Neumann

Polarographische Bestimmung von Jod und Brom im Meerkohl. N. N. Atamanenko und N. I. Belinskaja[1] geben folgende *Arbeitsvorschrift:* Der Meerkohl, als Rohstoff für die Jodproduktion, wird getrocknet, mit Kaliumcarbonat gemischt und verascht, bis ein reinweißes Pulver entsteht, das in 20 ml 1 n Salzsäure gelöst wird. Als Rückstand verbleiben schwerlösliche Sulfate, Silicate und andere Beimengungen. Das Polarogramm der salzsauren Lösung wird mit einem automatischen Polarographen mit zugeschaltetem 300 μF-Kondensator aufgenommen. Als Anode dient ein 0,4 mm starker, 28 mm langer, zur Spirale gedrehter Platindraht. Als Kathode nimmt man eine gesätt. Kalomelelektrode. Die Stufe des Broms ist bei stationärer Elektrode deutlicher als bei rotierender. Die Jod- und Bromverluste beim Veraschen des Meerkohls bei 1000° C sind nicht so groß wie von einer Reihe von Autoren angenommen wird.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 954 (1958) [Russisch]. Ukrainische Landwirtschaftsakademie. H. Nieswand

Zur getrennten Erfassung der wesentlichen Zuckerarten (Saccharose, Glucose, Fructose) in pflanzlichem Material haben E. F. Potter und K. T. Williams[1] die Glucoseoxydase-Methode herangezogen. Das Verfahren[2] wird verglichen mit der Jackson-Mathews-Modifikation der Nynschen Methode[3]. Glucose wird bestimmt aus der Differenz der Reduktionswerte vor und nach der Oxydation mit Glucoseoxydase. Die dann noch verbleibende Reduktionswirkung wird der Fructose zugeschrieben, wobei dann selbstverständlich auch andere reduzierende Zucker und reduzierende Substanzen in den Fructosewert eingehen. Saccharose wird nach enzymatischer Hydrolyse ermittelt. Die nach beiden Verfahren erhaltenen Werte unterscheiden sich nicht wesentlich voneinander. Jedoch wird die Glucoseoxydasemethode insofern vorgezogen, als man bei ihr mit den üblichen Zuckerreagentien auskommt, während die offizielle Methode spezielle Reagentien erforderlich macht. Ob zur Klärung der Lösungen die Bleifällung oder eine Reinigung mit Ionenaustauscher dient, ist auf die Ergebnisse ohne Einfluß.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 681—682 (1958). West. Reg. Res. Lab., Albany Calif. (USA). — [2] Williams, K. T., u. E. F. Potter: J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 307 (1958). — [3] Official Methods of Analysis. 8. Aufl. 29.64 u. 29.65 Assoc. Off. Agric. Chemists, Washington, D. C. 1955. L. Acker

Chlorophylltrennungen durch Papierchromatographie und in Cellulosesäulen beschreiben A. Angapindu, H. Silberman, P. Tantivatana und I. R. Kaplan[1] unter Berücksichtigung der aus der Literatur bekannten Ergebnisse. Die Empfindlichkeit der Trennung verschiedener Chlorophylle aus natürlichen Proben (z. B. *Sonnenblumenblättern und Dunaliella parva*) oder synthetischen Mischungen wurde geprüft. Die optimalen Bedingungen, unter denen die einzelnen Komponenten getrennt und für spektroskopische Studien wiedergewonnen werden können, wurden festgelegt. Die eine Methode bedient sich der Chromatographie mit Phasenumkehr, benutzt Whatman-Papier Nr. 4, das mit Paraffinöl imprägniert ist und verwendet Methanol als Lösungsmittel. Das zweite Verfahren ist eine Verbesserung bekannter Arbeitsweisen: es wird die Zirkularchromatographie auf nicht-imprägniertem Papier angewendet. Cellulosesäulen werden ebenfalls erfolgreich benutzt. Durch eine Kombination dieser Methoden ist es möglich, die natürlichen Chlorophylle und einige Carotenoide zu identifizieren und spektroskopisch rein zu trennen. Bei der Chromatographie mit Phasenumkehr ist die Reihenfolge der R_f-Werte: *Carotene* < *Chlorophyll a* < *Chlorophyll b* < *Xantophylle*. Für nicht-imprägniertes Papier ergibt sich: *Carotene* > *Monohydroxy-Xanthophylle* > *Chlorophyll a* > *Chlorophyll b* > *Dihydroxy-Xanthophylle*. Die erste Methode trennt somit im wesentlichen

nach Gruppen, die zweite differenziert nach Komponenten in den Gruppen. — Die verwendeten Geräte und die Arbeitsweisen sind im einzelnen beschrieben.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **75**, 56—68 (1958). Univ. Sydney und Div. Fisheries Oceanography, Cronulla (Australien). D. Jentzsch

Die papierchromatographische (p-chr) Auftrennung von Flavaspidinsäure(I), Filicinsäure(II), Albaspidin(III) und Filicininsäure(IV) aus Extrakten von Dryopteris filix mas führt man nach den Angaben von S. Godin[1] auf folgende Weise durch: Man bringt auf einen, in der Faserrichtung geschnittenen, 270 × 70 mm großen Streifen von Whatman-Papier Nr. 1 nacheinander 1,5 μl, 1,0 μl und 0,5 μl einer Lösung von 2 mg des aus Extrakten isolierten Substanzgemisches in 1 ml Chloroform, indem man den 40 mm vom Schmalende des Streifens befindlichen Startpunkt der Reihe nach mit den angegebenen Lösungsmengen beschickt und immer deren Trocknen abwartet. Dann chromatographiert man bei 20° C nach dem üblichen Verfahren absteigend mit einer 2 n Natriumcarbonatlösung, in der man unmittelbar vor der Anwendung 0,2% Natriumsulfit gelöst hat. Nachdem eine Laufstrecke von 200 mm erreicht ist, wozu etwa $3^1/_4$ Std benötigt werden, nimmt man den Streifen aus der Kammer, trocknet ihn 10 min lang bei 80° C und besprüht ihn mit folgendem *Reagens*. Man mischt 1,5 ml einer 1%igen Lösung von Sulfanilamid in 10%iger Salzsäure mit 1,5 ml einer 5%igen wäßrigen Natriumnitritlösung, schüttelt 1 min lang durch, fügt zur Neutralisation 1 ml 2 n Natriumcarbonatlösung zu und füllt mit Wasser auf 50 ml auf. Das Reagens muß frisch bereitet werden. Die gesuchten Substanzen werden sofort nach dem Besprühen sichtbar und zeigen folgende Farben und R_f-Werte: I bräunlichgelb, 0,28; II braun, 0,53; III violettgelb, 0,74; IV orangegelb, 0,84.

[1] Experientia (Basel) **14**, 209 (1958). State Univ. (Holland). K. Söllner

Zur quantitativen Bestimmung von Gibberellinsäure in Gärmasse wenden B. H. Arison, O. C. Speth und N. R. Trenner[1] die Isotopenverdünnungstechnik an mit Deuterium als Tracer-Isotop. Ähnlich wie bei D. K. Fukushima und T. F. Gallagher[2] bringen sie mittels eines Platinkatalysators und zu 85% deuterierter Essigsäure Deuterium in das Gibberellinsäuremolekül. Von der so deuterierten Gibberellinsäure wird eine bekannte Menge mit der Gärmasse vermischt und dann eine reine Probe der markierten und unmarkierten Säure isoliert. Dieses Produkt wird verbrannt und der Deuteriumgehalt des Wassers als Maß für die Konzentration von Gibberellinsäure UR-spektrometrisch gemessen. — *Ausführung. Reagentien. Gibberellinsäure* (Zersetzungspunkt 218° C). *Zu 85% deuterierte Essigsäure.* (Entsprechende Mengen Säureanhydrid und D_2O werden bei Raumtemperatur etwa 1 Std kräftig gerührt, bis die zweite Phase verschwindet.) *Katalysator*[3]. Man löst 15 g Kaliumchloroplatinat in Wasser mit genügend Na_2CO_3, gibt 50 g Darco G 60 zu, rührt über einem Wasserbad, fügt 5 ml Formaldehyd zu und rührt kräftig weiter, bis die Farbe verschwindet. Der Katalysator wird abgefiltert, mehrere Male mit heißem Wasser gewaschen und im Vakuum getrocknet. — *Tracer.* In einem Glaskolben wird die Mischung aus Gibberellinsäure, deuterierter Essigsäure und Katalysator im Aceton-Trockeneisbad ausgefroren, der Kolben wird evakuiert und die Mischung 3 Tage lang bei 56° C magnetisch gerührt. Nach Abkühlung wird das Reaktionsgemisch filtriert und anschließend zuerst bei p_H 5,5, dann bei p_H 2,5 mit gleicher Menge Äthylacetat extrahiert. Die organische Phase wird zu einer öligen Masse eingedampft, die dann durch Kratzen bei Zugabe von einigen Millilitern Äthylacetat gewöhnlich auskristallisiert. Die reine Deutero-Gibberellinsäure wird nach Behandlung mit Darco G 60 vom heißen Acetonitril isoliert, filtriert und konzentriert, um die Auskristallisierung herbeizuführen. Die Ausbeute liegt bei

etwa 20—30%. — *Verdünnungstechnik.* 100 mg Tracer werden in 15 ml Wasser bei p_H 5,5 gelöst und mit soviel Gärmasse (p_H 5,5) vermischt, daß deren geschätzter Anteil an normaler Gibberellinsäure dem des Tracers äquivalent ist. Nach 15 min Schütteln wird mit gleicher Menge Äthylacetat extrahiert und die Extraktion bei p_H 2,5 wiederholt. Die organische Phase wird zur öligen Masse eingedampft, die dann bei Zugabe von einigen Millilitern Äthylacetat durch Kratzen auskristallisiert. Das Rohprodukt wird durch Darco G 60 von 5 ml heißem Acetonitril rekristallisiert, filtriert und auf 1 ml konzentriert. Die Ausbeute an reiner Gibberellinsäure, Zersetzungspunkt 218° C, ist zwischen 50 und 100 mg (25—50%). Bei zu niedrigem Zersetzungspunkt muß die Rekristallisierung mit Acetonitril wiederholt werden. Von diesem isolierten Produkt mißt man die Atomprozente Deuterium nach TRENNER[4] und berechnet die Gibberillinsäure-Konzentration in der Gärmasse nach der Gleichung: $W_s = P_p/P_t \cdot W_t/V$, worin W_s = mg Gibberellinsäure im Milliliter Gärmasse, P_p = Prozente unmarkierte Gibberellinsäure (im isolierten Produkt), P_t = Prozent markierte Gibberellinsäure (im isolierten Produkt), W_t = mg Tracer, der Gärmasse zugesetzt, V = ml Gärmasse sind. In 4 Tabellen werden die Ergebnisse der einzelnen Arbeitsgänge zahlenmäßig dargestellt. Die Genauigkeit des Verfahrens ist mit ± 4% angegeben.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1083—1085 (1958). Merck Sharp & Dohme Res. Labs. Div. Merck & Co., Inc., Rahway, N. J. (USA). — [2] J. biol. Chemistry **198**, 861 (1952). — [3] TRENNER, N. R.: Example 1, U.S. Patent 2, 483, 251 (1949). — [4] TRENNER, N. R., B. H. ARISON u. R. W. WALKER: Analyt. Chemistry **28**, 530 (1956); vgl. diese Z. **154**, 369 (1957). F. AULINGER

Zur schnellen polarographischen Bestimmung von Stärke in Flotationstrüben verwenden S. C. SUN, D. L. LOVE und R. T. HOLZMANN[1] den Weg über die Hydrolyse von Stärke zum 5-Hydroxymethyl-2-furfural in stark salzsaurer Lösung. Bei reinen Stärkelösungen wird einfach eine 5—450 mg/l entsprechende Menge in konz. Salzsäure ausreichende Zeit durch Kochen hydrolysiert, dann mit konstant siedender Salzsäure wieder aufgefüllt, 10 min mit reinem Stickstoff durchperlt und zwischen −0,23 und −0,60 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode an der Tropfelektrode (t = 4,33 sec, m = 1,79 mg/sec, 71,6 cm Hg-Säule bei −0,60 V) polarographiert und mit Eichpolarogrammen verglichen. Als Halbstufenpotential wird −0,402 V (−0,420 V) angegeben. Aus Flotationstrüben muß zuvor Cu und Ni entfernt (fällen mit Thioacetamid und abzentrifugieren) und die Trübe eingeengt werden, ohne daß Stärke verkohlt. Als optimale Hydrolysierzeit wird angegeben für Kartoffelstärke 22, für Maisstärke 20 und für Stärke CC (protein- und fettsäurehaltig) 15 min. Übliche Sammler sind fast ohne Einfluß auf das Polarogramm, vor allem wenn sie nicht in zu hoher Konzentration enthalten sind (Laurylamin z. B. nicht über 19 mg/l). Das gleiche gilt für Li, Pb, Zn, Ba, Ca, Co, Silicat, Sulfat und Wolframat. — Der Temperaturkoeffizient des Diffusionsstroms liegt bei 1,8% für 20—45° C. Die Genauigkeit der Analyse liegt innerhalb 2%.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1074—1076 (1958). Univ. Park, Pa. (USA).
K. CRUSE

Zur Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe in Ruß und Rauch hat B. T. COMMINS[1] die von R. L. COOPER[2] angegebene Methode modifiziert. Die Kohlenwasserstoffe werden mit Cyclohexan aus der Rußprobe extrahiert, säulenchromatographisch voneinander getrennt und im Eluat mit Hilfe ihrer UV-Absorptionsspektren quantitativ bestimmt. Um dabei Spektralinterferenzen möglichst auszuschalten, wird der Wellenlängenbereich, in dem die quantitative Auswertung für die einzelnen Verbindungen erfolgt, weitgehend eingeengt. Nachstehend sind die vom

Verf. genannten Wellenlängen (in Millimikron) angegeben: *Anthracen* 372,0, 375,8, 380,0; *Pyren* 332,0, 335,0, 338,0; *Fluoranthen* 285,5, 287,5, 289,5; *1,2-Benzanthracen* 286,5, 288,5, 290,5; *1,2-Benzpyren* 329,0, 331,5, 334,0; *3,4-Benzpyren* 381,5, 384,5, 387,5 und 399,5, 402,5, 405,5; *1,12-Benzperylen* 381,5, 384,5, 387,5. — *Arbeitsweise.* Der auf einem Glasfaserfilter gesammelte Rauch wird in einer Extraktionsapparatur (Soxhlet) mit 300 ml bidest. Cyclohexan 3 Std extrahiert (man wäscht die Extraktionshülse vorher gründlich mit bidest. Aceton). Der Extrakt wird unter leichtem Erwärmen auf etwa 20 ml eingeengt, indem gleichzeitig gefilterte Luft durch die Lösung gesaugt wird. Anschließend läßt man das restliche Lösungsmittel bei Raumtemperatur fast vollständig verdampfen, spült den Rückstand mit Cyclohexan in einen 10 ml-Meßkolben und füllt zur Marke auf. Ein aliquoter Teil (nicht mehr als 2 ml) der erhaltenen Cyclohexanlösung wird langsam durch eine Austauschersäule (⌀ 1,4 cm) filtriert, die bis zu einer Höhe von 7,5 cm mit aktiviertem Aluminiumoxyd bepackt ist (das vorbereitete Aluminiumoxyd, sauer, 100—200 mesh, wird mit Cyclohexan in die Säule eingeschlämmt). Man löst die adsorbierten Kohlenwasserstoffe langsam mit Cyclohexan von der Säule und fängt das Eluat in 2,7 ml-Fraktionen auf. Die einzelnen Fraktionen werden unter Verwendung von 1 cm-Quarzküvetten bei den oben genannten Wellenlängen spektralphotometrisch untersucht. Nachstehend ist die Reihenfolge angegeben, in der die Verbindungen aus der Säule austreten: Anthracen, Pyren, Fluoranthen, 1,2-Benzanthracen, 3,4-Benzpyren, 1,2-Benzpyren, 1,12-Benzperylen. Die Genauigkeit der Methode (sie beträgt im Durchschnitt $\pm$ 25%) hängt weitgehend von einer vollständigen Trennung ab. Fluoranthen und 1,2-Benzanthracen lassen sich nur unvollständig voneinander trennen. Deshalb müssen alle Fraktionen, in denen beide Verbindungen enthalten sind, bei 286,5, 287,5, 288,5 und 289,5 mμ untersucht werden. Die Auswertung erfolgt dann rechnerisch mit Hilfe ähnlicher Gleichungen, wie sie für ein zweikomponentiges System angewendet werden. Weitere Einzelheiten mögen im Original eingesehen werden.

[1] Analyst **83**, 386—389 (1958). St. Bartholomew's Hosp. London (England). — [2] Analyst **79**, 573 (1954); vgl. diese Z. **147**, 308 (1955). K. Machner

Über den Nachweis und die quantitative Bestimmung niedrig siedender Phenole in Tieftemperatur-Steinkohlenteerdestillaten berichten C. Karr jr., P. M. Brown, P. A. Estep und G. L. Humphrey[1]. Verff. vergleichen die von F. V. Fair und R. J. Friedrich[2] angegebene konventionelle Destillationsmethode, bei der die einzelnen Fraktionen spektralphotometrisch auf ihren Phenolgehalt untersucht werden, mit dem von C. Karr jr. und P. M. Brown[3] empfohlenen Verfahren, bei dem die Phenole (*Phenol, o-, m- und p-Kresol, o-, m- und p-Äthylphenol* sowie *2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,4- und 3,5-Xylol*) mit Hilfe der Gas-Flüssigkeitschromatographie getrennt werden. Die nach beiden Analysenmethoden erhaltenen Ergebnisse zeigen befriedigende Übereinstimmung.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1413—1416 (1958). Low Temperature Tar Lab., Bureau of Mines, Morgantown, W. Va. und Univ., Morgantown (USA). — [2] Analyt. Chemistry **27**, 1886 (1955); vgl. diese Z. **153**, 142 (1956). — [3] Abstracts of papers, 130th Meeting, ACS, Atlantic City, 1956, p. 4 K. K. Machner

Zur Bestimmung von Wasserspuren (1—100 ppm) in Erdölfraktionen eignet sich nach J. W. Loveland, T. B. Webster, Ch. P. Hablitzel und G. W. Reed[1] die Karl-Fischer-Methode. Bei derart geringen Mengen macht sich die Wasserhaut an den Wänden der Probenahmegefäße bereits störend bemerkbar. Als Flaschenmaterial ist Glas dem Polyäthylen (welches etwas Wasserdampf aus der Atmosphäre

hindurchläßt) überlegen. Man benutzt am besten Flaschen mit Neoprenstopfen und trocknet sie über Nacht im Trockenschrank bei etwa 65° C. Bei der Probenahme spült man sie mehrmals mit dem zu untersuchenden Produkt durch. Da Mercaptane ebenfalls mit Karl-Fischer-Lösung reagieren, muß man sie nebenher bestimmen, etwa nach M. W. Tamele und L. B. Ryland[2], und entsprechend ihrem Wasserwert berücksichtigen. Dieser liegt ungefähr bei 0,5, schwankt aber etwas je nach dem verarbeiteten Erdöl und muß deshalb jeweils erst ermittelt werden. Hierzu läßt man ein gemessenes Volumen Öl 4—5 mal unter Luftabschluß durch eine Säule mit Calciumsulfat laufen, wodurch das Wasser praktisch vollständig entfernt wird, und bestimmt am Schluß den Mercaptanschwefel- und den scheinbaren Wassergehalt. — Zur Wasserbestimmung überführt man 50 ml Probe mittels einer Spritze ohne Berührung durch die Atmosphäre in das Titrationsgefäß, welches als Lösungsmittel Chloroform-Methanol (100 + 25 ml) enthält, und verdünnt die sonst übliche oder käufliche Karl-Fischer-Lösung mit Methanol-Pyridin (3 : 1) auf einen Wirkungswert von 2—2,5 mg H_2O/ml.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1316—1321 (1958). Sun Oil Co., Marcus Hook, Pa., und Toledo, Ohio (USA). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **8**, 16 (1936); vgl. diese Z. **116**, 45 (1939). F. Neumann

Colorimetrisch-chromatographische Ultramikroanalyse von gasförmigen Kohlenwasserstoffen. J. Janák[1] hat zu seinem bereits früher beschriebenen Verfahren[2] die Bedingungen ermittelt, unter denen sehr kleine Gehalte an Kohlenwasserstoffen in Gasen quantitativ erfaßt werden können. Zu dieser Analyse sind verhältnismäßig große Mengen des zu untersuchenden Gases notwendig. Die charakteristischen Elutionsvolumina der einzelnen Kohlenwasserstoffe und die notwendigen Mengen an dem Adsorbenten werden berechnet und es wird gezeigt, daß beim Einhalten konstanter Temperatur beträchtliche Adsorbentmengen benötigt werden, was wiederum einen großen Zeitaufwand bedeutet. Die bereits früher[2] angewendete Arbeitsweise, nämlich Adsorption bei sehr niedriger Temperatur und Elution bei allmählicher Temperatursteigerung, ermöglichen dagegen mit sehr kleiner Menge an Adsorbent auszukommen und die Analysendauer stark abzukürzen. Von den drei untersuchten Adsorbenten, nämlich Silicagel, Alusil und Aktivkohle, ist Alusil dadurch ausgezeichnet, daß bei sehr niedriger Temperatur (—60° C) große Unterschiede in der Adsorptionsfähigkeit gegenüber Methan einerseits und höheren Kohlenwasserstoffen (einschließlich Äthan) anderseits bestehen. Man kann dies zur Bestimmung der höheren Kohlenwasserstoffe neben Überschüssen an Methan, z. B. in Erdgas oder in Gasen benutzen, die bei biologischen Prozessen entstehen. Bei allmählicher gleichmäßiger Steigerung der Temperatur (Umhüllen der Adsorptionssäule mit einem Glasmantel und Heizen mit einem Widerstandsdraht) erhält man ein chromatographisches Spektrum mit deutlich getrennten Stufen für die einzelnen Gasbestandteile (gesätt. und ungesätt. Kohlenwasserstoffe C_1—C_6). Mit der Alusilsäule (Füllung 7,2 g, Korngröße 0,200 bis 0,075 mm) kann bei einer Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases von 20 ml/min und Temperatursteigerung von — 60 bis + 80° C eine Mischung von C_1-C_6-Kohlenwasserstoffen in 2 Std in ihre Bestandteile zerlegt werden. Die höchste anwendbare Temperatur beträgt etwa 150° C, oberhalb dieser Temperatur werden die Kohlenwasserstoffe bereits merklich durch das Trägergas (Sauerstoff) oxydiert. Für die quantitative Bestimmung der einzelnen Kohlenwasserstoffe müssen Korrektionsfaktoren angebracht werden, die die auftretenden Verluste berücksichtigen. Zwischen den Faktoren und der Zahl der C-Atome in den Molekülen der untersuchten Kohlenwasserstoffe besteht bei der Darstellung in logarithmischem Maßstab lineare Abhängigkeit. Das Bestimmungsverfahren ist sehr empfindlich. Man kann noch

$2 \cdot 10^{-5}$ ml Methan, $1 \cdot 10^{-5}$ ml Äthan, $0{,}7 \cdot 10^{-5}$ ml Propan, 10^{-6} ml höhere Kohlenwasserstoffe in bis zu 10^3 ml Gasprobe quantitativ erfassen; dies entspricht Gehalten von 10^{-6}—10^{-7} %. Die Bestimmungsfehler liegen für Kohlenwasserstoffmengen von etwa 10^{-5} ml bei $0{,}14 \cdot 10^{-5}$ ml, für KW-Mengen von 10^{-3} ml bei $3{,}14 \cdot 10^{-5}$ ml. Wegen dieser großen Empfindlichkeit eignet sich das Verfahren zur Untersuchung der freien und desorbierbaren Gase aus Gesteinen der Oberflächenschichten von Erdöl- oder Erdgasquellen, zur Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehaltes der Betriebsatmosphäre, zu den oben bereits angegebenen Zwecken und besonders zur Bestimmung der geringfügigen KW-Konzentrationen in technischen permanenten Gasen.

[1] Chem. Listy **52**, 1289—1298 (1958) [Tschechisch]. Inst. f. Erdölforsch., Brno (Brünn) (ČSR). — [2] Juránek, J.: Chem. Listy **51**, 716, 776, 2280 (1957); Collect. czechoslov. chem. Commun. **22**, 1704 (1957); **23**, 78 (1958); **24**, 143 (1959); vgl. diese Z. **163**, 131, 146, 291 (1958). M. Hřivnáč

Die massenspektrometrische Bestimmung von Alkoholen in Produkten der Fischer-Tropsch-Synthese läßt sich nach S. H. Langer, R. A. Friedel, I. Wender und A. G. Sharkey jr.[1] neben Kohlenwasserstoffen und Wasser gut ausführen, wenn man mit *Hexamethyldisilazan*, $(CH_3)_3Si\text{-}NH\text{-}Si(CH_3)_3$, umsetzt und anschließend die Analyse im Massenspektrometer ausführt. Es lassen sich so bei Zimmertemperatur noch C_{10}-Alkohole bestimmen. Auch *Glykole*, *Amine* und *Phenole* können als Trimethylsilyläther massenspektrometrisch bestimmt werden. Ketone, speziell Aceton, stören die Bestimmung. Bei Umsetzung des Hexamethylsilazans mit Wasser eignet sich dieses Reagens auch zur massenspektrometrischen Bestimmung des *Deuterium-* und des *Sauerstoff-18*-Gehaltes. Im Original sind die Ausführung der Umsetzung und die Bestimmung ausführlich beschrieben. Man erhitzt 11 g der Probemischung mit 8,5 g (= 11 ml) Hexamethylsilazan am Rückflußkühler. Bei 63° C beginnt die Ammoniak-Entwicklung. Während des 9 Std langen Kochens am Rückflußkühler steigt die Temperatur von 123 auf 133° C, im Kühler bildet sich ein weißes Sublimat und im Kolben eine klare Lösung, von der nach Zusatz von Hexamethylsiloxan als Vergleichsstandard die massenspektrometrische Analyse angefertigt wird. Das Ende der Umsetzung wird durch konstante Siedetemperatur und kein weiteres Entweichen von Ammoniak nach erneutem Reagenszusatz angezeigt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1353—1356 (1958). Bureau Mines, Bruceton, Pa. (USA). Klaus Brodersen

Zur Bestimmung von Phenol in Isopropylbenzol empfehlen V. I. Ginzburg und T. A. Frišman[1] die voltamperometrische Methode, die von den Verfassern schon früher beschrieben worden ist. Das Phenol wird aus der Probe mit 4%iger Natronlauge extrahiert. Der Einfluß der Extraktionsdauer auf die Ergebnisse wird untersucht. Bei der voltamperometrischen Bestimmung dient als Anode eine rotierende Platinelektrode, die vor der Messung 5 sec in der oxydierenden Flamme eines Bunsenbrenners geglüht und dann mit dest. Wasser abgespült wird. Als Kathode wird eine gesätt. Kalomelelektrode verwendet. Die Messungen werden auf einem automatischen Polarographen bei einer konstanten Polarisationsgeschwindigkeit von 6 mV/sec durchgeführt. Die Ergebnisse von Phenolbestimmungen in den Grenzen von $1 \cdot 10^{-3}$ bis $1 \cdot 10^{-4}$ Mol/l zeigen Maximalabweichungen von 7,4%, der mittlere quadratische Fehler beträgt 4,17%.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 949—951 (1958) [Russisch]. Forsch.-Inst. f. synthetische Alkohole und organische Produkte. H. Nieswand

Über die potentiometrische Bestimmung von freiem Alkali in Phenollösungen und Schmelzen aromatischer Sulfonsäuren berichten M. A. Portnov und S. M. Šejn[1]. Ein Gemisch von Naphtholat bzw. Phenolat und freiem Alkali titriert man mit Salzsäure bis p_H 11; dadurch wird das freie Alkali allein bestimmt. Das Phenolat oder Naphtholat allein titriert man bis p_H 5, wobei bei der visuellen Titration als Indicator nicht α-Naphtholphthalein sondern (für p_H 5) Bromkresolpurpur oder Methylrot anzuwenden ist, da α-Naphtholphthalein bei der Bestimmung des freien Alkalis zu Fehlern von bis 3% absolut führt. — Bei der Bestimmung von freiem Alkali in Schmelzen von Monosulfosäuren des Benzols und Naphthalins titriert man potentiometrisch mit 0,1 n Salzsäure bis zu einem bestimmten Wert der EMK; dieser Wert liegt bei Anwendung des Elektrodenpaares Sb/gesätt. Kalomelelektrode bei 610 mV (20 + 1° C); der Fehler beträgt dann ± 5% (relativ). Liegt ein Gemisch von Na-Naphtholat und -Phenolat mit 0,2% freiem Alkali vor, so ist die p_H-Messung wegen der hohen Pufferkapazität nicht genau genug. Man titriert in diesem Falle das Gesamtalkali bis zum Wert 220 ± 20 mV, wobei man gut reproduzierbare Ergebnisse erhält.

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 1417—1420 (1957) [Russisch]. Zweigstelle des Inst. für organ. Halbprodukte u. Farbstoffe. A. v. Wilpert

Zur Schnellbestimmung von Zink in Viscosespinnflüssigkeiten empfehlen M. Saito, S. Nagamura und K. Ueno[1] die ÄDTA-Titration in schwach saurer Lösung unter Verwendung des Indicatorsystems Kupfer-PAN bzw. von Xylenolorange. Erdalkalien stören nicht, während andere 2-wertige Kationen wie Kupfer, Cadmium und Blei (die jedoch in nennenswerten Mengen nicht zugegen sind) miterfaßt werden. Der Anwendung von Xylenolorange dürfte der Vorzug gegeben werden, da Aluminium und Eisen hierbei nicht oder nur wenig stören und außerdem die Titration in der Kälte durchgeführt werden kann. Nach den mitgeteilten Beleganalysen betragen die Analysenfehler 0,02—1,4%. — *Arbeitsweise.* Die Spinnlösung mit 5—15 mg Zink wird auf 50—100 ml verdünnt und mit 1 n Natronlauge gegen Phenolphthalein neutralisiert. Nach Zugabe von 5 ml Pufferlösung von p_H 5,2 (200 ml 0,1 m Natriumacetatlösung + 100 ml 0,1 m Essigsäure) versetzt man entweder mit 5 Tr. Kupfer-PAN-Indicatorlösung [1 g einer Mischung von 1 Teil PAN und 9 Teilen Dinatriumkupferäthylendiamintetraacetat in 50 ml Isopropanol-Wasser (1 : 1)] oder Xylenolorange-Indicatorlösung (0,1 g in 100 ml verd. Äthanol) und titriert mit 0,01 m ÄDTA-Lösung (Na-Salz) bis zum Farbumschlag nach Rosa bis Gelb. Bei Verwendung von Kupfer-PAN-Indicator wird die Lösung fast bei Siedetemperatur titriert.

[1] Chemist-Analyst **47**, 67—68 (1958). Dojindo & Co., Ltd., Kumamoto (Japan). H. Garschagen

Über die Anwendung der polarographischen Methode bei der Untersuchung einiger Plastmassen berichten V. D. Bezuglyj und V. N. Dmitrieva[1]. Die Bestimmung von *Methacrylsäuremethyl-, -äthyl-, -butyl- und -allylester* erfolgt in einer Grundlösung von 0,1 n Li_2SO_4 in 10%igem Methanol oder 0,02 n Tetramethylammoniumjodid in 92%igem Methanol ($E_{1/2}$ = —1,88 bis —1,98 V, gemessen gegen die gesätt. KE). Freie Methacrylsäure wird an der Quecksilbertropfelektrode nicht reduziert. Als weiteres Monomeres kann in Tetramethylammoniumjodidlösung *Styrol* sowohl in Polystyrol, als auch in Polystyrol-Methacryl-Mischpolymerisaten bestimmt werden ($E_{1/2}$ = —2,3 bis —2,4 V). *Acrylnitril* gibt in einer Grundlösung von 0,05 n $N(CH_3)_4J$ in 10%igem Methanol eine Stufe bei $E_{1/2}$ = —2,08 V. Dibutylphthalat zeigt in einer 0,02 n $N(CH_3)_4J$-Lösung in 92%igem Methanol die beiden Stufen der Carboxylgruppen, die erste bei $E_{1/2}$ = —1,77 V, die zweite bei $E_{1/2}$ = —2,06 V. In der gleichen Lösung können auch *Dibutylphthalat* und *Methacrylat* nebeneinander bestimmt werden. Benzoylperoxyd stört dabei nicht. Bei der

Bestimmung von Styrol in Polystyrol erhält man in Tetrabutylammoniumjodidlösung drei Stufen. Analog kann auch die Bestimmung von Dibutylphthalat in Polyvinylchlorid erfolgen. *Salol* wird entsprechend bestimmt. *Benzoylperoxyd* wird in einer Grundlösung aus Ammoniumnitrat, Benzol, Methanol und Methylrot bestimmt ($E_{1/2} = +0{,}27$ V). *Hydrochinon* gibt in einer Grundlösung von 2% Ammoniumnitrat und 10%igem Methanol eine Stufe bei $E_{1/2} = +4{,}3$ V. Zur Vermeidung von Diffusionsströmen gibt man auch hier einige Tropfen Methylrotlösung dazu. — *Arbeitsweise. 1. Bestimmung von Methylmethacrylat und Dibutylphthalat.* Etwa 1 g des Polymeren, das Monomere enthält, wird in 10 ml Benzol gelöst und im 50 ml-Meßkolben mit Methanol zur Marke aufgefüllt. Nach dem Absetzen der Polymeren gibt man 1 ml der klaren Lösung in das Polarographiergefäß, versetzt mit 5—10 ml gesätt. Tetramethylammoniumjodidlösung in 92%igem Methanol, mischt mit strömendem Wasserstoff durch und polarographiert. Zur Bestimmung von Dibutylphthalat löst man 1—2 g des Kunststoffes in einem 100 ml-Meßkolben in 20 ml Benzol (die Lösung erfordert einige Stunden), und füllt mit Methanol auf, wobei der Hauptteil der Polymeren ausfällt. Zur Polarographie versetzt man 1 ml der überstehenden Lösung mit 9 ml 0,02 n Lösung von Tetramethylammoniumjodid in 92%igem Methanol und vermischt mit Hilfe eines Wasserstoffstromes. Die Gegenwart von Sauerstoff stört die Bestimmung nicht. Man wertet mit Eichkurven aus, die unter gleichen Bedingungen aufgenommen werden. Der Fehler kann bei der Bestimmung von Dibutylphthalat bis zu etwa $\pm$ 8—9%, bei der Monomerenbestimmung bis zu 3% betragen. — *2. Bestimmung von Salol im Kunststoff AK R-9.* Man löst 1—2 g Probe in 20 ml Benzol, versetzt mit 10 ml 0,2 n $N(CH_3)_4J$-Lösung, füllt mit Methanol auf 100 ml auf und polarographiert von $-1{,}5$ bis $-2{,}2$ V. — *3. Bestimmung von Benzoylperoxyd in Polymethacrylatemulsionen oder in fertigen Kunststoffen.* 1,5—1,8 g des Materials werden im 100 ml-Meßkolben in 20 ml Benzol gelöst. Man fällt dann mit Methanol die Polymeren aus, versetzt mit 2 g Ammoniumnitrat sowie 1 ml 0,2%iger Methylrotlösung und füllt mit Methanol auf. Durch 10 ml der klaren Lösung leitet man 10 min lang einen Wasserstoffstrom, polarographiert von $+0{,}45$ bis $-0{,}2$ V und wertet mit Hilfe einer Eichkurve aus. Zur Bestimmung von Benzoylperoxyd in den Mutterlaugen nach der Polymerisation nimmt man 100 ml ab, und schüttelt 3 mal mit je 20 ml Benzol aus. Die vereinigten Extrakte gibt man in einen 200 ml-Meßkolben, fällt mit Methanol die Polymeren und verfährt weiter wie beschrieben.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 941—947 (1958) [Russisch]. Werk für Zahnärztliche Geräte Charkov. H. Nieswand

Den Nachweis von Phthalsäureisomeren und Benzoesäure in Alkydharzen führen M. L. Adams und M. H. Swann[1] mit Hilfe der Infrarotspektrophotometrie durch. Dieser rein qualitative Nachweis ermöglicht es unter Umständen, mehrere Arbeitsgänge bei der quantitativen Bestimmung einzusparen[2]. — *Ausführung.* Die Messungen werden in einem Perkin-Elmer 21-Spektrophotometer mit Natriumchloridoptik durchgeführt. Ein dünner Film des gelösten Harzes wird auf eine geschliffene Platte des Salzes aufgesprüht, das Lösungsmittel in Vakuum bei 60° C verdampft (Dauer 1 Std) und das Spektrum bei 11—15 mμ aufgenommen. Alle Substanzen zeigen, ohne sich gegenseitig zu beeinflussen, charakteristische Spektren.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1322—1324 (1958). Coating and Chem. Labor., Aberdeen Proving Ground, Md. (USA). — [2] Vgl. M. H. Swann u. Mitarb.: Analyt. Chemistry **27**, 1604 (1955); **28**, 72 (1955); vgl. diese Z. **153**, 69, 70 (1956). Ursula Baumann

Über die colorimetrische Bestimmung von Äthylcentralit (Diäthyl-Diphenylharnstoff) und Diphenylamin in Treibmitteln berichtet J. Grodzinski[1]. Die Bestimmung von Äthylcentralit beruht auf der Farbreaktion mit Cer(IV)-molybdat in

essigsaurer Lösung. Man erhält eine rote Farbverbindung mit dem Absorptionsmaximum bei 515 mμ. Zur Diphenylaminbestimmung wird Kaliumdichromat als Farbreagens verwendet. Das Absorptionsmaximum der blauen Farbverbindung liegt bei 575 mμ. — *Arbeitsweise. Bestimmung von Äthylcentralit.* Die zu untersuchende Treibmittelprobe wird bis auf eine Korngröße von 40 mesh gemahlen und 24 Std über Silicagel getrocknet. Ein Teil der Probe mit etwa 0,01 g Äthylcentralit wird dann in einen 250 ml-Kolben eingebracht, mit 50 ml 84%iger Essigsäure versetzt und 30 min auf kochendem Wasserbad erhitzt. Enthält die Probe Nitrocellulose, wird zur Extraktion des Äthylcentralits 84%ige Essigsäure verwendet. Die Extraktionsdauer soll dann auf 40 min ausgedehnt werden. Man überführt den Extrakt in einen 100 ml-Meßkolben, wäscht den Rückstand mit kleinen Portionen 84%iger Essigsäure und füllt mit der Essigsäure zur Marke auf. 1 ml der erhaltenen Lösung wird in einem Reagensglas mit 9 ml frisch bereiteter Oxydationslösung (siehe unten) versetzt. Man mischt gut durch und mißt die Extinktion der erhaltenen Farblösung 3—5 min nach Zugabe der Reagenslösung bei 515 mμ unter Verwendung von 1 cm-Küvetten. Zum Vergleich dient die Reagenslösung. An Hand einer Eichkurve (für einen Konzentrationsbereich bis zu 120 γ Äthylcentralit/10 ml Endlösung) wird ausgewertet. — Zur *Bestimmung von Diphenylamin* werden 0,250 g der gemahlenen und bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Probe in die Hülse einer geeigneten Extraktionsapparatur eingebracht und 9 min mit etwa 60 ml 95%igem Äthanol bei einer Tropfgeschwindigkeit von 1—2 Tr./Sekunde auf kochendem Wasserbad extrahiert. Falls eine Fällung zu beobachten ist, muß die Alkoholmenge erhöht werden. Man spült den Extrakt quantitativ in einen 100 ml-Meßkolben und füllt mit Äthanol zur Marke auf. 1 ml der erhaltenen Lösung wird in einem Reagensglas mit einmal mit 9 ml schwefelsaurer Kaliumdichromatlösung versetzt. Kurz vor Gebrauch werden 2 ml einer 1%igen $K_2Cr_2O_7$-Lösung zu 100 ml 31,6 ± 0,5%iger Schwefelsäure zugefügt. Man mischt gut durch und bestimmt die Extinktion der erhaltenen Farblösung 3—20 min nach Zugabe der Reagenslösung bei 575 mμ unter Verwendung von 1 cm-Küvetten. Zum Vergleich dient die Reagenslösung. An Hand einer Eichkurve für einen Konzentrationsbereich bis zu 150 γ Diphenylamin in 10 ml Endlösung wird ausgewertet. — Die Diphenylaminbestimmung kann bei Gegenwart von Äthylcentralit ohne Schwierigkeiten colorimetrisch durchgeführt werden. Wie bei der sonst üblichen maßanalytischen Methode wird ebenso das „freie" Diphenylamin erfaßt, dazu gehört auch ein Teil der Umwandlungsprodukte des Diphenylamins, entsprechend ihrer jeweiligen stabilisierenden Wirkung. Bei der Bestimmung von Äthylcentralit in Gegenwart von Diphenylamin ist eine Korrektur erforderlich, die sich nach der Diphenylaminmenge richtet. Der Umwandlungsfaktor Ex./Diphenylamin E_{10}, Äthylcentralit beträgt 0,33. Nach dem beschriebenen colorimetrischen Verfahren wird nur das „freie" Äthylcentralit erfaßt. — *Oxydationslösung*: 9 ml einer Lösung von 30 g Cer IV-sulfat in 97%ige H₂SO₄ werden mit 50 ml Pufferlösung (10,211 g Kaliumhydrogenphthalat auf 1 l mit Wasser und 60 ml 1%iger Ammoniumsulfatlösung) versetzt. Man füllt den Niederschlag nach 5 min durch Zugabe von 40 ml 1%iger Schwefelsäure. Falls noch vorhanden, 3—5 min lang Luft durchleiten und filtrieren.

[1] Bull. Res. Counc. Israel. A 7, 21—28 (1957). Israel Ministry Inst., Ministry Defence (Israel). K. Machenik

Eine colorimetrische Phosphorbestimmung in Treibstoffen, die Triäthylphosphat enthalten, beschreiben F. F. Hoffman, L. V. Jones jr. u. F. Sherman jr. und F. R. Ashbrook[1]. — *Arbeitsweise.* Eine Treibstoffmenge von 1—2 ml mit etwa 20 bis 50 γ P wird in einem Erlenmeyer-Kolben auf dem Dampfbad eingedampft. Anschließend wird nach Zugabe von 1 ml konz. Schwefelsäure zum Kochen erhitzt

und unter allmählichem Zusatz von 30%iger Wasserstoffperoxydlösung die organische Substanz zerstört. Man wiederholt dies, bis die Lösung farblos ist (2mal). Es wird mit 5 ml Wasser aufgenommen und eben bis zum Wiederauftreten von Schwefeltrioxyd erhitzt. Jetzt verdünnt man durch Zugabe von 25 ± 1 ml Wasser und neutralisiert mit 10 n Natronlauge gegen Phenolphthalein (Rotfärbung). Anschließend pipettiert man unter sorgfältigem Durchmischen 5 ml 5,5 n Schwefelsäure, 2 ml 2,5%ige Ammoniummolybdatlösung und 2 ml 0,5%ige Hydrazinsulfatlösung dazu und erhitzt die Kolben genau 10 min im siedenden Wasserbad. Nach dem Abkühlen wird in graduierte 50 ml-Zylinder mit Glasstopfenverschluß übergespült, auf 50 ml aufgefüllt und durchgeschüttelt. Die Messung erfolgt bei 825 mμ in 10 mm-Küvetten gegen Wasser. Ein Blindwert durchläuft den gleichen Arbeitsgang und wird rechnerisch abgesetzt. Die Einmeßkurve wird mit steigenden Mengen einer Phosphor-Testlösung (0—50 μg P) unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. Die Untersuchung von 2 Treibstoffproben mit unterschiedlichen Phosphorgehalten in 10 Laboratorien zeigte eine gute Reproduzierbarkeit.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1334—1336 (1958). Res. Lab. Shell Oil Co., Wood River Ill. (USA). H. Pohl

Zur Auftrennung und anschließenden gravimetrischen Bestimmung von Monoglyceridkonzentraten, die als Emulgatoren für Fette Verwendung finden, adsorbieren P. Quinlin und H. J. Weiser jr.[1] die Mischungen an einer Silicagelsäule, eluieren die am schwächsten haftenden *Triglyceride* mit Benzol, *Diglyceride* mit 10%igem Äther in Benzol und *Monoglyceride* mit Äther; freies Glycerin bleibt in der Säule. Verff. verwenden eine 290 mm-Säule von 19 mm Durchmesser, gefüllt mit hydratisiertem, in Petroläther aufgeschlämmtem Silicagel mit eingestelltem Wassergehalt von 5%, Davidson Grade 923, 100—200 mesh. — *Ausführung.* 1,0 g Probe wird in einem 50 ml-Becher in 15 ml Chloroform gelöst; wenn nötig wird dabei erwärmt. Die erkaltete Lösung gibt man quantitativ durch die Säule mit einer Durchflußrate von 1,5—2 ml je Minute, wobei man darauf achtet, daß sich keine Kanäle im Silicagel bilden. Man eluiert dann bei gleicher Durchflußrate der Reihe nach mit je 200 ml Benzol, 10% Äther in Benzol und mit Äther, sammelt die Eluate in tarierten Soxhlet-Gefäßen, dampft unter Stickstoff oder reiner, trockener Luft zur Trockne ein und wägt.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **35**, 325—327 (1958). Procter & Gamble Co. Cincinnati, Ohio (USA). R. Fresenius

Die quantitative Bestimmung von Spuren freien Gossypols in Fetten, Ölen und Fettsäuren durch Papierchromatographie beschreiben G. Schramm und J. H. Benedict[1]. — *Ausführung.* 10 g des zu untersuchenden Materials werden in 100 ml Heptan gelöst und zweimal mit je 25 ml Dimethylformamid-Wasser (2 : 1) extrahiert. Die untere Schicht wird mit 150 ml Wasser versetzt und dreimal mit je 50 ml Heptan-Chloroform (9 : 1) ausgeschüttelt. Die obere Phase (bei schlechter Trennung zentrifugieren) wird mit Natriumsulfat getrocknet, auf 5 ml eingeengt (bei Gehalten über 1% Gossypol auf 10 ml) und sofort auf Whatman Nr. 1 mit Heptan-Chloroform-Essigsäure (80 : 20 : 5) aufsteigend 1½ Std chromatographiert. Gleichzeitig werden Testlösungen verschiedener Konzentration zwischen 0,5 und 10,0 μg von reinem Gossypol (hergestellt nach W. A. Pons u. Mitarb.[2] oder W. H. King u. Mitarb.[3]) chromatographiert. Die Chromatogramme werden bei Zimmertemperatur getrocknet, mit frisch bereiteter Phloroglucinlösung (2 g Phloroglucin in 10 ml 95%igem Äthanol und 5 ml konz. Salzsäure) besprüht und der gesuchte Gossypolgehalt durch Vergleich mit der Färbung der Testlösungen

ermittelt. Die Methode erlaubt den Nachweis von 10 ppm Gossypol mit einer Genauigkeit von 3 ppm.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **35**, 371—373 (1958). Procter & Gamble Co., Miami Valley Lab., Cincinnati, Ohio (USA). — [2] Pons, W. A., M. D. Murray, R. T. O'Connor u. J. D. Guthrie: J. Amer. Oil Chemists' Soc. **25**, 308 (1948). — [3] King, W. H., u. F. H. Thurber: J. Amer. Oil Chemists' Soc. **33**, 169 (1956).

Ursula Baumann

Die Analyse von Haarwaschmitteln wird von S. H. Newburger[1] mit Hilfe der Säulenchromatographie durchgeführt. Das Schema zur Isolierung der einzelnen *waschaktiven Bestandteile (Fettsäuren, Fettsäure-Alkanolaminkondensate, Alkylsulfat)* wird wie folgt skizziert: Man löst die Probe in einem Gemisch aus 18 ml Äthanol, 2 ml Essigsäure und 1,5 ml Wasser, filtriert die Lösung durch eine Austauschersäule, die mit Amberlite CG-45 (Typ 2) bepackt ist und eluiert zunächst die Fettsäuren und Fettsäure-Alkanolaminkondensate mit Essigsäure-Äthylalkohol (1 + 99). Anschließend wird die Säule mit Wasser, Ammoniak (1 + 9) und Wasser gewaschen und dann das Alkylsulfat mit einer Ammoniak-Methanollösung (24 + 200), die 0,8 g Ammoniumcarbonat enthält, vom Harz gelöst. Zur Trennung von Fettsäuren und Fettsäure-Alkanolaminkondensaten verdampft man das essigsaure Alkoholeluat zur Trockne, behandelt den Eindampfrückstand in der Hitze mit 10 ml Wasser und 100 mg Natriumcarbonat, verdampft erneut zur Trockne und extrahiert die Fettsäure-Alkanolaminkondensate mit 25 ml Aceton. Im Rückstand verbleiben alle in Aceton unlöslichen Bestandteile (Seifen, Natriumcarbonat, Fettsäuren), von denen die Fettsäuren durch Chloroformextraktion aus wäßriger salzsaurer Lösung isoliert werden können. Die Durchführung der Analyse ist in der Originalarbeit ausführlich beschrieben.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 664—668 (1958). Food a. Drug Admin., Washington, D. C. (USA).

K. Machner

Analyse von Nagellacken[1]. S. H. Newburger, M. A. Hall und J. H. Jones[2] berichten in der vorliegenden Mitteilung über die quantitative Bestimmung der Lacklösungsmittel und des Camphers. Lösungsmittel und Campher werden mit Hilfe der Vakuumdestillation aus der Probe isoliert und im Destillat spektrophotometrisch bestimmt. — *Ausführung.* Man gibt 5—9 g Nagellack zu 5 ml Dibutylphthalat und wenig Carborundum und destilliert bei 1—2 mm Hg und 125—130° C 1 Std. Das Destillat wird in einer mit Aceton-Eismischung gekühlten Vorlage aufgefangen und gewogen. Zur *qualitativen Bestimmung der Lösungsmittel* verdünnt man 1 ml Destillat mit Äthanol auf 10 ml und nimmt das UV-Spektrum ab 280 mμ auf. Außerdem mißt man die IR-Absorption von 2—15 μ in einer Verdünnung von 1 ml Destillat auf 100 ml mit Schwefelkohlenstoff. Zur *quantitativen Bestimmung* verdünnt man 2,5 ml Destillat mit Tetrachlorkohlenstoff auf 50 ml, schüttelt 2 mal 5 ml mit 0,5 und 0,25 g wasserfreiem Kupfersulfat und filtriert. Es werden die Absorptionen bei folgenden Wellenlängen bestimmt und an Hand von Standardlösungen ausgewertet: *Äthylacetat* 2259,1; *Butylacetat* 2380; *Toluol* 2166,5; *Xylol* 2172,5; *Äthanol* 1412,3; *Isopropanol* 1412,3; *Butanol* 1412,3 AE. — *Bestimmung von Campher.* Man versetzt 4 g Nagellack mit 10 ml Methanol und unter Schütteln mit 225 ml Wasser und destilliert. 210 ml Destillat werden in einer eisgekühlten Vorlage aufgefangen. Man spült den Kühler mit 10 ml Methanol, säuert das Destillat mit Salzsäure an und extrahiert in Portionen mit insgesamt 100 ml Isooctan. Die Extrakte werden filtriert und destilliert. Nach 80 ml Vorlauf destilliert bei 100 bis 110° C Badtemperatur der Campher. Man füllt das Destillat auf 100 ml mit Isooctan auf, gibt auf eine Kolonne (17,5 × 1,5 cm) mit Al_2O_3 und spült mit 100 ml Isooctan nach. Der Campher wird mit 100 ml Chloroform eluiert, das Eluat auf 100 ml

aufgefüllt und die UV-Absorption bei 295 mμ bestimmt. — Die gleichzeitig zur *Bestimmung der nichtflüchtigen Bestandteile* angegebene Methode wird wie folgt ausgeführt: 1,0—1,2 g Nagellack werden in ein Wägegläschen (Höhe 65 mm ⌀ 45 mm) eingebracht und gleichmäßig über die gesamte (innere) Oberfläche des Gläschens verteilt, so daß ein dünner Lackfilm entsteht. Man erhitzt 2 Std auf 105° C, läßt abkühlen und wägt den Lackrückstand als nichtflüchtige Substanz.

Im Anschluß an die vorstehende Arbeit behandeln J. H. Jones, C. D. Ritchie und S. H. Newburger[3] *die Bestimmung von Lacklösungsmitteln* (in Nagellacken) mit Hilfe der Gasphasenchromatographie. Die Lackprobe wird nach Zusatz von n-Propylacetat (als innerer Standard) in ihre einzelnen Komponenten zerlegt, die dann beim Austritt aus der Säule [Länge etwa 120 cm, äußerer ⌀ 63,5 mm, bepackt mit 10 g C-22 „firebrick" (30—60 mesh) imprägniert mit 4 g Dioctylphthalat] auf Grund der Wärmeleitfähigkeit quantitativ bestimmt werden. Als Trägergas dient Helium oder Stickstoff. Es wird zunächst bei 75° C, später (nachdem alles Butylacetat eluiert worden ist) bei 115° C mit einer Fließgeschwindigkeit von 25 ml/min eluiert. Die beschriebene Methode erlaubt eine schnelle und ausreichend genaue Bestimmung der Lacklösungsmittel. Beleganalysen zeigen befriedigende Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

[1] Newburger, S. H.: J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 524 (1955); **39**, 259 (1956). — [2] J. Assoc. off. agric. Chem. **41**, 668—673 (1958). Food a. Drug Admin., Washington, D. C. (USA). — [3] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 673—676 (1958).

K. Machner

4. Analyse von biologischem Material

Zur colorimetrischen Bestimmung des Kaliums im Serum empfiehlt E. Rahm[1] eine geringe Modifikation der Methode von W. Köhn, bei der die Abnahme der Extinktion einer Magnesiumdipikrylaminatlösung gemessen wird, die durch Fällung mit Kalium bedingt ist. — *Ausführung.* 2,5 ml Serum (möglichst frisch, da sonst durch Hämolyse Kaliumanstieg) versetzt man mit 2,5 ml 1,5%iger Uranylacetatlösung sowie 5 ml Wasser, mischt gut und filtriert. Zu 5 ml Filtrat fügt man 1 ml 2%ige Magnesiumdipikrylaminatlösung, zentrifugiert 5—10 min bei 3000 U/min und mißt im Überstand die Extinktion gegen eine bekannte Vergleichslösung von Kaliumchlorid im Autenrieth-Königsberger-Colorimeter. Für vergleichende klinische Untersuchungen genügt die Methode.

[1] Ärztl. Laborat. **4**, 183—185 (1958). Lippstadt. E. Müller, Würzburg

Für die gleichzeitige spektrophotometrische Kupfer- und Zinkbestimmung in tierischem Gewebe verfährt man nach J. T. McCall, G. K. Davis und T. W. Stearns[1] wie folgt: Die Organproben werden in bekannter Weise durch nasse Veraschung mit konz. Salpeter- und 60% Perchlorsäure zersetzt und ein aliquoter Teil der farblosen Lösung mit einem gesamten Kupfer-Zinkgehalt von etwa 10 μg wird in ein konisches Zentrifugenglas pipettiert. Man gibt konz. Ammoniak bis zur basischen Reaktion und 2 ml im Überschuß sowie 1 ml 6 n Natronlauge zu und zentrifugiert mit 3000 g 5 min lang. Die überstehende Flüssigkeit wird dekantiert, der Niederschlag mit 5 ml 3 n Ammoniak gewaschen, wieder zentrifugiert und dekantiert. Aus den vereinigten Lösungen wird das Ammoniak durch Kochen vertrieben. Nun säuert man eben mit konz. Salzsäure an, fügt 10 ml Pufferlösung (nach Clark und Lubs, p_H 9) zu und stellt mit 1 n Natronlauge auf p_H 9,0 ein. Nach Zugabe von 3 ml Zincon-Reagenslösung (0,130 g Zincon[2] in etwa 2 ml 1 n Natronlauge lösen und auf 100 ml verdünnen) wird in einem 50 ml-Meßkolben aufgefüllt. Die Messung erfolgt gegen einen Reagentienblindansatz in 10 mm Schichtdicke bei

610 mμ. Anschließend werden zu jeder Probe und zum Blindansatz 3 Tr. 4%ige ÄDTA-Lösung (ausreichend zur Komplexierung von 100 μg Zn) zugegeben, und es wird erneut bei 610 mμ gemessen. Die ersten Meßwerte ergeben die Summe des Kupfer- und Zink-Komplexes, die zweiten nur den Kupferkomplex. Die Auswertung erfolgt an einer Einmeßkurve, die mit steigenden Mischungen (0—10 μg Cu + Zn) von Kupfer- und Zinktestlösungen unter den gleichen Bedingungen aufgestellt wird. Die Reproduzierbarkeit der Meßwerte liegt zwischen 1—10%. Der Farbkomplex ist mindestens 1 Std beständig, nach 24 Std nimmt die Färbung etwas ab (bei 10 μg Metall etwa 4% des Wertes). Co, Mn, Ni, Al, Mo, Be, Bi, Cd und Fe stören. In tierischen Organen sind hauptsächlich Fe, Ca, Mg und PO_4 enthalten, die durch die Fällung entfernt werden.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1345—1347 (1958). Univ. Gainesville Florida (USA). — [2] Vgl. u. a. diese Z. **145**, 47 (1955). H. Pohl

Ein colorimetrisches Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von Kupfer und Eisen in Serum beschreibt B. Zak[1]. Das Verfahren beruht auf der Farbreaktion mit *Bathocuproin (für Kupfer)* bzw. *Bathophenanthrolin (für Eisen)*. Bathocuproin (2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin) reagiert mit Kupfer(I) unter Bildung einer gelben Farbverbindung mit dem Absorptionsmaximum bei 485 mμ. Das Absorptionsmaximum der rotgefärbten komplexen Eisen(II)-bathophenanthrolin (4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin)-verbindung liegt bei 535 mμ. — *Arbeitsweise.* 3,0 ml der Serumprobe werden in einem Zentrifugenglas mit 1,0 ml 1,4 n Salzsäure versetzt und 5 min in einem fast siedenden Wasserbad erhitzt. Man kühlt ab, gibt 2,0 ml 10%ige Trichloressigsäure zu, mischt gut und zentrifugiert 15 min bei hoher Umlaufgeschwindigkeit. Ein aliquoter Teil (4,0 ml) der überstehenden klaren Flüssigkeit wird zur Reduktion von Kupfer und Eisen mit einer Spatelspitze (10—15 mg) Ascorbinsäure versetzt. Zur *Kupferbestimmung* gibt man nun 0,5 ml Bathocuproinsulfonatlösung zu [siehe unten], mischt gut durch und bestimmt die Extinktion der komplexen Kupferverbindung bei 485 und 535 mμ. Zum Vergleich dient eine Blindlösung, die an Stelle der Serumprobe 3,0 ml dest. Wasser enthält. Zur *Eisenbestimmung* werden dann Testlösung und auch Blindlösung mit je 0,5 ml Bathophenanthrolinsulfonatlösung [siehe unten] versetzt. Man mischt gut und mißt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 535 mμ. An Hand geeigneter Eichkurven (für einen Konzentrationsbereich von jeweils 0—300 μg Fe bzw. Cu/100 ml) wird ausgewertet. Bei der Eisenbestimmung muß die für die komplexe Kupferverbindung bei 535 mμ gemessene Teilextinktion berücksichtigt werden. Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten. — *Reagenslösungen.* 200 mg Bathocuproin bzw. Bathophenanthrolin werden mit je 1,0 ml Chlorsulfonsäure versetzt und 30 sec mit einer Mikroflamme erhitzt. Man läßt abkühlen, gibt vorsichtig jeweils 10,0 ml dest. Wasser zu und erwärmt unter Rühren in einem Wasserbad, bis sich alles vollständig gelöst hat. Jeweils 3,0 ml der erhaltenen Lösungen werden mit 45%iger Natriumacetatlösung auf 100 ml verdünnt.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 328—334 (1958). Wayne State Univ. und Receiving Hosp. Detroit, Mich. (USA). K. Machner

Zwei Methoden zur Bestimmung von Blutalkohol, *oxydativ* und *fermentativ*, geben P. L. Kirk, A. Gibor und K. P. Parker[1] an. Bei beiden Methoden handelt es sich um Modifikationen bekannter Verfahren. Die unspezifische chemische Methode wird dadurch verbessert, daß störende flüchtige Basen durch saures Phosphat fixiert und flüchtige Säuren sowie Aldehyde und Ketone durch alkalische Quecksilber(II)-oxydsuspension ausgeschaltet werden. Außerdem geben Verff. eine Spezialapparatur an (Abb. 1), die, ohne enteiweißen zu müssen, die Vorteile der Destillation zu nutzen gestattet. Auch für die Fermentmethode ist ein sehr einfach

zu handhabendes Diffusionsgefäß (Abb. 2) angegeben. Beide Methoden geben, auch von den verschiedensten Untersuchern in anderen Laboratorien ausgeführt, genügend gut übereinstimmende und konstante Werte. — *Ausführung. I. Chemische Methode.* In den Mantel *A* (Abb. 1) gibt man soviel Wasser, daß die untere Hälfte von *C* eintaucht, in *C* 7 ml gesätt. Quecksilber(II)-chloridlösung und 7 ml 10%ige Natronlauge ohne *F* zu benetzen. Dicke Filterpapierstreifen (7×15 cm) tränkt man mit einer Lösung aus 20% Natriumdihydrogenphosphat + 2% Magnesiumchlorid, trocknet bei Raumtemperatur, faltet zu 5×15 cm, rollt mit der Falte nach innen auf und beschickt damit *F*. *B* füllt man mit exakt 5 ml ~ 0,1 n Kaliumdichromatlösung (4,903 g/l) und setzt 5 ml konz. Schwefelsäure zu, was erwünschte Temperaturerhöhung bedingt. Bei *V* reguliert man das Vakuum so, daß etwa 300—400 ml

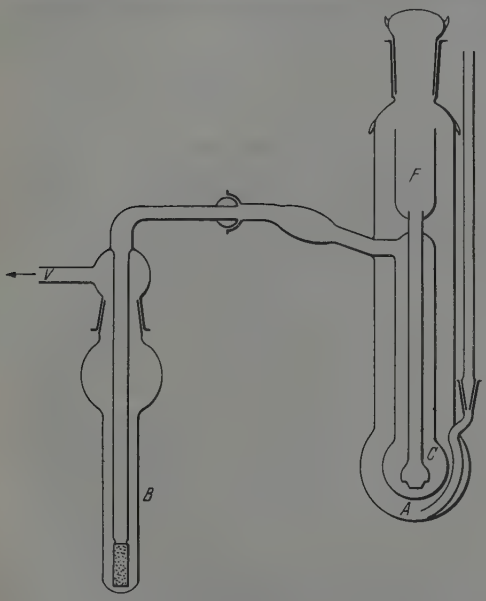

Abb. 1. Apparatur zur Bestimmung von Blutalkohol nach KIRK u. Mitarb.

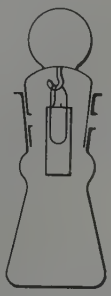

Abb. 2. Diffusionsgefäß nach KIRK u. Mitarb.

Luft/min passieren. Auf die Papierrolle bringt man genau 1 ml Blut, schließt den oberen Normalschliff und sichert mit Spannfedern. Dann bringt man das Wasser in *A* zum Kochen und beläßt es 25—30 min in ganz schwachem Kochen, so daß sich im waagerechten Rohr keine Kondenstropfen absetzen. Man löst den Schliff von *B*, gibt seinen Inhalt in einen 125 ml-Erlenmeyer-Kolben und spült besonders das Sinterglasende des Einleitungsrohres mehrmals mit Wasser nach. Schließlich soll der Schwefelsäuregehalt im Kolben 10% nicht übersteigen. Man setzt einen Überschuß frisch bereiteter 50%iger Kaliumjodidlösung zu, titriert sofort mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung und benutzt gegen Ende eine frisch angesetzte 1%ige Stärkelösung als Indicator. 1 ml 0,1 n Dichromatlösung entspricht 1,15 mg Alkohol in der Probe. Man kann den Dichromatgehalt auch spektrophotometrisch bestimmen. — *II. Fermentmethode.* Das hierfür benötigte Gefäß besitzt (Abb. 2) im Hülsen- und Kernschliff eine sich deckende Bohrung, die durch Schliffdrehung geschlossen werden kann. An dem Glashäkchen des Stopfens läßt sich ein Filterpapierstück an einer Büroklammer aufhängen. Man mischt 2 Teile Enzymlösung (1 mg Leberalkoholdehydrogenase/ml Wasser, gefroren aufbewahren) und 1 Teil

Coenzymlösung (10 mg Diphosphopyridinnucleotid/ml Wasser, gefroren aufbewahren) mit 27 Teilen Pufferlösung (10 g Natriumpyrophosphat + 2,5 g Semicarbazidhydrochlorid + 0,5 g Glycin; mit etwa 20 ml 1 n Natronlauge auf p_H 8,8—9 einstellen, auf 300 ml auffüllen; im Kühlschrank haltbar), mischt gut (nur 2—4 Std haltbar) und pipettiert 3 ml in das Diffusionsgefäß. Am Stopfen hängt man ein 0,5×2,5 cm Filtrierpapier (Schl. & Sch. 598) ein, das genau so präpariert ist wie unter I angegeben, und pipettiert darauf durch die offene Bohrung genau 10 μl Blut. Nach Schließen durch Stopfendrehung läßt man 90 min bei Raumtemperatur stehen und mißt dann die Extinktion der Lösung bei 340 mμ. Diese Methode eignet sich besonders für Serienuntersuchungen, Methanol stört nicht.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1418—1422 (1958). Univ. Berkeley, Calif. (USA).

E. Müller, Würzburg

Die Mikrobestimmung der Fettsäuren im Blutserum führen N. A. Pikaar und J. Nijhof[1] nach modifizierten Literaturmethoden durch. Nach den Ergebnissen sind 40% der Serumfettsäuren einfach ungesättigt, 30% mehrfach ungesättigt (vorwiegend Linolen- und Arachidonsäure) und 30% gesätt. ($^3/_4$ Palmitinsäure, der Rest Stearinsäure mit Spuren von Myristin- und Laurinsäure). — *Ausführung. 1. Extraktion der Fettsäuren.* 2 ml Serum werden zu 60 ml Äthanol-Äther (3:1) getropft, 2 min mit Kohlegranulat gekocht, auf 100 ml aufgefüllt und filtriert. Zu 80 ml des Filtrates werden 2 ml 1 n Natriumalkoholat und 0,1 ml 0,1%ige alkoholische Chinollösung gegeben, das Lösungsmittel auf dem Wasserbad verdampft und die verbleibende Seife in 36 ml 75%igem Äthanol aufgenommen. Diese Lösung wird 3mal mit je 10 ml Petroläther (40 – 60° C) und einmal mit 8 ml 75%igem Alkohol geschüttelt, die abgetrennte Seifenlösung mit 36 ml Wasser versetzt, mit 2 ml 4 n Salzsäure angesäuert und wieder 3mal mit je 10 ml Petroläther ausgeschüttelt. Die vereinigten Petrolätherextrakte werden mit Natriumsulfat getrocknet auf 50 ml aufgefüllt, und zur Bestimmung benutzt (Extrakt 1). — *2. Die Bestimmung der mehrfach ungesätt. Säuren* erfolgt durch Extinktionsmessung bei 268, 315, 346 und 374 mμ a) vor und b) nach Isomerisierung. Die Messungen werden im Beckman-Spektrophotometer DU mit 1 cm-Quarzküvetten durchgeführt. Aus dem Extinktionsanstieg (Differenz zwischen Messung a) und b) und dem Wert für die Gesamtkonzentration der Fettsäure berechnet sich der Gehalt an ungesätt. Säuren. Zu a) 15 ml Extrakt 1 werden unter Stickstoff eingedampft. Der Rückstand wird in 10 ml Methanol aufgenommen und die Extinktion bestimmt. Zu b) 15 ml Extrakt 1 werden unter Stickstoff eingedampft, dem Rückstand 0,5 ml 21%ige Kalilauge in Äthylenglykol zugesetzt und 15 min auf 180 ± 0,3° C unter Stickstoff erwärmt. Nach 30, 60 und 90 sec wird umgeschüttelt. Nach Abkühlen wird das Gemisch mit Methanol auf 10 ml aufgefüllt und die Extinktion gemessen. — *3. Bestimmung der Gesamt- und der gesätt. Fettsäuren.* Extrakt 1 aus 2 ml Serum wird mit 20 ml Äthanol versetzt und unter Stickstoff mit 0,004 n Natriumalkoholatlösung titriert (Gesamtfettsäuren). Dann wird das Lösungsmittel aus zwei dieser Proben (entsprechend 4 ml Serum) verdampft, der Rückstand in 27 ml Wasser, 1 ml 6 n Kalilauge sowie 2 ml 4,7%iger Kaliumpermanganatlösung aufgenommen. Nach 1 Std werden 2 ml 6 n Schwefelsäure und festes Natriumhydrogensulfit zugegeben, und die Lösung wird 3mal mit je 10 ml Petroläther ausgeschüttelt. Dieser Extrakt wird mit Natriumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel verdampft. Im Rückstand werden die gesätt. Fettsäuren nach der Methode von Boldingh (chromatographische Trennung von gesätt. und ungesätt. Fettsäuren) bestimmt. Der Gehalt an einfach ungesätt. Säuren wird aus der Differenz aller Bestimmungen errechnet.

[1] Biochemic J. **70**, 52—57 (1958). State Univ., Utrecht (Holland).

Ursula Baumann

Die Bestimmung von unveresterten Fettsäuren im normalen menschlichen Plasma durch Titration führen A. Svanborg, L. Svennerholm, J. von Dorrien und M. R. Soomägi[1] nach entsprechender Aufarbeitung des Plasmas durch. Die unveresterten Fettsäuren werden quantitativ extrahiert und die die Bestimmung störenden nichtlipiden Substanzen, sowie die Phospholipide entfernt. Die Verff. zeigen, daß die von M. I. Grossman und Mitarb.[2] angewandte Extraktion mit Äther oder Petroläther nur einen Teil der Fettsäuren erfaßt und die fest an Albumin gebundenen unberücksichtigt läßt. — *Ausführung.* Die Blutproben werden sofort nach Entnahme in 3%ige Natriumcitratlösung (1 Teil Citrat auf 9 Teile Blut) gebracht und im Eisbad zentrifugiert. Zu 10—15 ml citrathaltigem Plasma wird die halbe Menge Phosphatpuffer p_H 6,0 gegeben. Diese Vorbereitung soll 30—45 min nach Probeentnahme beendigt sein. Das Plasma wird dann lyophilisiert und mit 50 ml Chloroform-Methanol (1:2) 30 min am Rückflußkühler gekocht. Der Extrakt wird filtriert und im Vakuum in Stickstoffatmosphäre zur Trockne eingedampft. Die nichtlipiden Substanzen werden dann durch Phasenverteilung entfernt: der Lipidrückstand wird in Chloroform-Methanol (2:1) gelöst, auf 20 ml aufgefüllt und 25 ml 0,1%ige Kochsalzlösung werden zugesetzt. Die Mischung wird lebhaft durchgeschüttelt und die untere Phase nach 24 Std 3mal mit Waschflüssigkeit (obere Phase einer Mischung von 4 Teilen Chloroform-Methanol und 1 Teil 0,1%iger NaCl-Lösung gewaschen. Die untere Phase wird danach mit Chloroform-Methanol (2:1) auf 25 ml aufgefüllt, im Vakuum unter Stickstoff zur Trockne eingedampft und der Rückstand in Chloroform gelöst. Dieser Extrakt wird durch eine Säule von 0,7 cm Durchmesser, die 0,5 g Kieselsäure AR (Baker) und 0,3 g „Hyflo Supercel" enthält und die mit 50 ml Chloroform befeuchtet ist, geschickt, wobei die Phospholipide entfernt werden. Das Eluat wird auf 10 ml eingedampft und die Titration der unveresterten Säuren mit 0,02 n methanolischer Natronlauge gegen Thymolblau durchgeführt. Der Mittelwert von 21 Bestimmungen (Männer und Frauen zwischen 19 und 57 Jahren) liegt bei 0,69 ± 0,04 mmol, wobei die individuellen Werte zwischen 0,46 und 1,06 mmol/l schwanken.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 443—449 (1958). Salgren's Hosp., und Univ. Gothenburg (Schweden). — [2] Proc. Soc. exp. Biol. Med. **87**, 312 (1954).

Ursula Baumann

Über spektrophotometrische Methoden zur Bestimmung von Phosphatestern, Succinat und Lactat berichtet R. K. Morton[1]. Verf. stellt unter Anwendung und Modifikation der Methoden von E. C. Slater[2] eingehende Untersuchungen an, die in Frage stehenden Verbindungen ohne vorherige Abtrennung zu bestimmen. An Testlösungen ist das Ziel weitgehend erreicht, und es ist zu hoffen, daß sich die Methoden auch auf *Gewebe* oder *Gewebsextrakte* übertragen lassen. Außer den von Slater angegebenen Verfahren für Fructose-1,6-diphophat, D-Glycerinaldehyd-3-phosphat und Dihydroxyacetonphosphat entwickelt Verf. solche für L-α-*Glycerinphosphat* nach der Gleichung (1) L-α-Glycerinphosphat + Eisen(III)-cytochrom c → Dihydroxyacetonphosphat + Eisen(II)-cytochrom c oder besser (2a) L-α-Glycerinphosphat + $DPN^+ \rightleftharpoons$ Dihydroxyacetonphosphat + DPNH + H^+, (2b) DPNH + H^+ + 2 Eisen(III)-cytochrom c → DPN^+ + 2 Eisen(II)-cytochrom c; für *Succinat* nach (3) Succinat + Eisen(III)-cytochrom c → Fumarat + Eisen(II)-cytochrom c und für Lactat (4) L-Lactat + Eisen(III)-cytochrom c → Pyruvat + Eisen(II)-cytochrom c. Umfangreiche Einzelheiten, wie Gewinnung der Enzympräparate usw., sind genau angegeben. Durch Extrapolieren findet man die für die Konzentrationsberechnung des gesuchten Stoffes in dem Gemisch benötigte Extinktion, was an 2 Kurven demonstriert wird.

[1] Biochemic. J. **70**, 134—139 (1958). Univ. Cambridge (England). — [2] Biochemic. J. **53**, 157 (1953); vgl. diese Z. **140**, 395 (1953).

E. Müller, Würzburg

Eine colorimetrische Methode zur Harnstoffbestimmung für die Bewertung von Arginasepräparaten gibt Y. Nadai[1] an. Das Verfahren beruht auf der Extinktionsmessung des gelben Farbkomplexes, den Harnstoff mit p-Dimethylaminobenzaldehyd bildet und ist eine Modifikation der Methode von G. W. Watt und J. D. Chrip[2]. In einem Bereich von 0,15—1,6 mg Harnstoff/5 ml eiweißfreier Versuchslösung ist die Harnstoffkonzentration eine lineare Funktion der Extinktion. Aus der Harnstoffmenge kann auf die Arginaseaktivität geschlossen werden. — *Ausführung.* Etwa 1 g Leber und Niere (Maus) homogenisiert man in der Glasapparatur mit der 10fachen Menge eiskaltem Wasser, zentrifugiert 10 min bei 3000 U/min und benutzt den Überstand, gegebenenfalls nach Verdünnen mit Wasser, als Enzymlösung. 1,0 ml dieser Lösung + 1,0 ml 0,05 m L-Argininlösung von p_H 6,0 + 1,0 ml 0,1 m Veronalpufferlösung von p_H 9,2 + 1,0 ml 0,01 m $MnSO_4$-Lösung inkubiert man unter Toluol bei 37° C. Nach einem bestimmten Zeitintervall setzt man 6,0 ml 10%ige Trichloressigsäure zu, läßt 10 min stehen und filtriert. 5 ml Filtrat versetzt man mit 2 ml p-Dimethylaminobenzaldehydreagens (siehe unten), läßt 15 min stehen und mißt in einer 20 mm-Küvette die Extinktion bei 450 mμ. Aus einer Eichkurve mit gleichen Ansätzen und bekannten Harnstoffmengen entnimmt man die Werte. — *p-Dimethylaminobenzaldehydreagens.* 2,0 g umkristallisierte Substanz (FP 74° C)[3] in 100 ml 95%igem Alkohol lösen + 15 ml konz. Salzsäure. Im Kühlschrank einige Monate haltbar.

[1] J. Biochemistry (Tokyo) **45**, 387—391 (1958). Univ. Kyoto (Japan). — [2] Analyt. Chemistry **26**, 452 (1954); vgl. diese Z. **146**, 125 (1955). — [3] Adams, R., u. G. H. Coleman: Org. Syntheses Coll. Band I (1932), S. 208. E. Müller, Würzburg

Die Bestimmung von Cholin durch Fällung mit Phosphormolybdänsäure und Reduktion des gebildeten Cholin-phosphormolybdates mit Zinn(II)-chlorid beschreiben L. W. Wheeldon und F. D. Collins[1]. — *Ausführung.* 4—24 mg des zu untersuchenden Fettes mit 2—12 μmol Cholin werden mit 2 ml 6 n Salzsäure und 2 ml Äthanol auf 100° C am Rückfluß erhitzt. Nach 18 Std wird das Hydrolysat im Vakuum zur Trockne eingedampft, mit 2 ml Wasser versetzt und durch Zugabe von 1 n Natronlauge ein p_H-Wert von 6—7 eingestellt. Dann werden die Fettsäuren durch Extraktion mit Äther entfernt. Die wäßrige Phase wird filtriert, mit 5 ml Wasser nachgewaschen und wiederum zur Trockne eingedampft. Den Rückstand löst man in 2 ml Wasser. Zur *Bestimmung von Cholin* werden 0,5 ml dieser Lösung (0,3—3 μmol Cholin) in einem Zentrifugenglas mit 0,1 ml gesätt. wäßriger Phosphormolybdänsäurelösung versetzt, 30 min bei 5° C gehalten und zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird dekantiert (gut austropfen lassen), der Niederschlag zweimal mit 1 ml Isobutanol gewaschen und dann in 3 ml Aceton gelöst. Dieser Lösung werden 1 ml 10 n Schwefelsäure und 0,05 ml Zinn(II)-chloridlösung zugesetzt, und es wird mit Äthanol auf 10 ml aufgefüllt. Die Extinktion wird in einem Hilger-Spekker-Absorptiometer mit Ilford Filter 608 gemessen (man findet etwa 87% von dem Wert des Absorptionsmaximums bei 630 mμ). Die Anwesenheit von Lecithin, Kephalin oder reduzierenden Zuckern stört die Bestimmung nicht, wohl aber stören Lipide mit Dinitrophenylgruppen. Diese werden entfernt, indem die Hydrolyse nach 3 Std unterbrochen, der nach Eindampfen im Vakuum verbleibende Rückstand in Wasser aufgenommen und 3 mal mit je 5 ml Petroläther extrahiert wird. Die wäßrige Schicht wird 3 mal mit je 5 ml Äther ausgeschüttelt, die ätherischen Extrakte werden verworfen, die übrigen Extrakte vereinigt und die Hydrolyse wird bei p_H 6 10 Std fortgesetzt. Dann wird wie oben beschrieben weitergearbeitet.

[1] Biochemic. J. **70**, 43—45 (1958). Nat. Univ., Canberra (Australien).

Ursula Baumann

Aminosäuren. S. S. Schiaffino, J. J. McGuire und H. W. Loy[1] haben ihre Untersuchungen über die *Anwendung turbidimetrischer Methoden zur mikrobiologischen Bestimmung von Aminosäuren*[2] auf *Arginin, Cystin, Histidin* und *Tyrosin* ausgedehnt. Als Testkeime sind S. faecalis (für Arginin und Histidin), L. mesenteroides (für Cystin, Histidin und Tyrosin) und L. plantarum (für Tyrosin) verwendet worden. Die Stammkulturen werden auf gewöhnlichen Nährböden nach der von H. W. Loy und Mitarb.[3] angegebenen Methode unterhalten. Die Vorbereitung und Behandlung der geimpften Lösungen sowie weitere Einzelheiten in der Durchführung der Analyse sind bereits in der früheren Mitteilung[2] ausführlich besprochen worden. Die Inkubationsdauer beträgt 18 Std (bei 34 ± 0,5° C). Die Trübungsmessungen werden in einem lichtelektrischen Photometer bei 550 mμ durchgeführt. Das Instrument wird vorher mit der geimpften Blindlösung auf 100% Durchlässigkeit eingestellt. An Hand von Eichkurven wird ausgewertet.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists. **41**, 679—681 (1958). Food a. Drug Admin. Washington, D. C. (USA). — [2] Schiaffino, S. S., J. J. McGuire u. H. W. Loy: J. Assoc. off. agric. Chemists. **41**, 420 (1958); vgl. diese Z. **167**, 230 (1959). — [3] Loy, H. W., W. P. Parrish u. S. S. Schiaffino: J. Assoc. off., agric. Chemists. **39**, 172 (1956), **41**, 61 (1958). K. Machner

Die Bestimmung von Äthanolamin und Serin, die auf einer Farbreaktion der dinitrophenylierten Substanzen mit Tetramethylammoniumhydroxyd beruht, beschreiben F. D. Collins und L. W. Wheeldon[1]. Der Äthanolamin- und Seringehalt verschiedener Organe wird bestimmt. — *Ausführung.* Die Lipide werden aus den Geweben isoliert und dinitrophenyliert[2]. Eine Menge des so vorbereiteten Lipids, die ungefähr 0,1—1,5 μMol Aminostickstoff enthält, wird in 5 ml 1 n alkoholischer Salzsäure gelöst und 3 Std am Rückfluß gekocht. Das Hydrolysat wird im Vakuum zur Trockne eingedampft, der Rückstand mit 2 ml 1 n Salzsäure versetzt und erneut 3 Std gekocht. Nach Zugabe von 0,1 g „Hyflo Supercel" wird filtriert, mit 5 ml Wasser nachgewaschen und das Filtrat im Vakuum zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird in 10 ml Dimethylformamid-Äthanol-n-Butylamin (4:1:0,04) gelöst, 0,1 ml 25%ige Tetramethylammoniumhydroxydlösung zugesetzt und die Extinktion bei 393 (Serin) und 500 mμ (Äthanolamin) gemessen.

[1] Biochemic. J. **70**, 46—49 (1958). Nat. Univ., Canberra (Australien). — [2] Weehldon, L. W., u. F. D. Collins: Biochemic. J. **66**, 435 (1957). Ursula Baumann

Eine einfache Halbmikrobestimmung von Cystein durch amperometrische Titration an zwei polarisierbaren Elektroden mit Kaliumhexacyanoferrat(III) geben H. G. Waddill und G. Gorin[1] an. Es wird nach der Dead stop-Methode mit 100 mV an 0,5 cm langen 0,65 mm starken Platinelektroden gearbeitet. 20 ml Pufferlösung (0,6 m Phosphorsäure mit Natronlauge auf p_H 7 eingestellt) und 2 ml 10^{-4} m Kupfer(II)-sulfatlösung werden zunächst 10 min mit Stickstoff behandelt, unter Stickstoff und Rühren wird dann die Cysteinprobe zugesetzt und mit 0,001—0,1 m frischer Hexacyanoferrat(III)-lösung titriert. Bei Überschuß setzt ein Stromanstieg ein, der mit der anliegenden Spannung in gewissen Grenzen geregelt werden kann. Durch den Kupferzusatz werden die Ablesungen besonders in der Nähe des Äquivalenzpunktes zuverlässig. Zur Eichung der Methode wird auf Proben bezogen, die reduziert sind. Die etwa 0,05 m Cystinlösung in 1 m Salzsäure wird hierzu mit Natriumamalgam (unter Isooctan) behandelt, bis ein konstanter Titer festgestellt werden kann. $1-1{,}5 \cdot 10^{-6}$ Mol lassen sich auf 1% genau bestimmen. Andere Aminosäuren sind ohne Einfluß.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1069—1071 (1958). State Univ. Stillwater, Okla., (USA). K. Cruse

Zur Trennung der jodierten Thyronine von Mono- und Dijodtyrosin untersuchen G. Meyniel, P. Blanquet, J. Mounier und M. Estibotte[1] die Einflüsse der Korngröße des Ionenaustauschers, der Vorbehandlung, der verschiedenen Lösungsmittel, der Durchlaufgeschwindigkeit und der Temperatur. Zur Trennung von Mono- und Dijodtyrosin dient der Anionenaustauscher Dowex 1X2, 200—400 mesh, in einer Kolonne von 15 cm Länge und 1,5 cm Durchmesser. Eluiert wird mit 0,2 n Salzsäure, die 3,75% n-Butanol enthält. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll 50 bis 60 ml/Std bei 18—20° C betragen. Die Jodide werden aus dem Austauscher mit n-Butanol, das mit 0,4 n Salzsäure gesättigt ist, herausgelöst. — Es werden vorläufige Angaben zur Trennung von Jodothyroninen gemacht.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **40**, 369—377 (1958). Fac. Méd. Pharmac., Bordeaux (Frankreich). B. Rossmann

Eine spezifische enzymatische Methode zur Bestimmung von L-Histidin (L-H) in Urin hat P. Soupart[1] ausgearbeitet. — *Arbeitsweise.* Man sammelt den 24 Std-Harn unter Zusatz von je 5 ml Chloroform und Toluol, entnimmt ihm eine Probe von 100 ml, stellt diese mittels konz. Salzsäure auf p_H 4,5 ein und bewahrt sie im Tiefkühler bei —50° C bis zur Verwendung auf. Zur Ermittlung des L-H-Gehaltes versetzt man in einer Warburg-Reaktionskammer 5 ml des Harnes mit 4,5 ml Pufferlösung von p_H 4,5 und 0,5 ml einer acetonischen Suspension von L-H-Decarboxylase, deren Herstellung aus Kulturen von Cl. welchii und deren Aktivitätsbestimmung im Original beschrieben sind. Durch Ablesen des entwickelten Volumens Kohlendioxyd gegenüber einem Leeransatz und Vergleich mit den Werten aus Lösungen mit bekanntem L-H-Gehalt läßt sich dieser in dem untersuchten Urin berechnen. Die Ergebnisse werden mit denen nach der chromatographischen Methode nach S. Moore und W. H. Stein[2] verglichen. Die Resultate weichen nicht mehr als 5% voneinander ab.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 349—356 (1958). Univ. Brüssel (Belgien). — [2] J. biol. Chemistry **192**, 663 (1951); vgl. diese Z. **136**, 371 (1952).
K. Söllner

Ein empfindliches papierchromato-ionophoretisches Schnellverfahren zum Nachweis von Diaminopimelinsäure (DAP) in Bakterienhydrolysaten empfiehlt J. Blass[1]. — *Arbeitsweise.* Nach einer früher von Verf. mitveröffentlichten Technik[2] trennt man die bei der Hydrolyse von Bakterien entstehenden Aminosäuren unter Verwendung eines Fließmittels (I) aus 80 ml Methanol, 17,5 ml Wasser, 2,5 ml 10 n Salzsäure und 10 ml Pyridin. Taucht man das getrocknete Chromatogramm in ein Bad aus 100 ml 0,1%iger acetonischer Ninhydrinlösung, 150 ml Fließmittel (I) und 10 ml 10 n Salzsäure und erwärmt es 2 min lang auf 100° C, so färbt sich der DAP-Flecken olivgrün unter schnellem Übergang in ein stabiles Gelb, während sich die anderen Aminosäuren purpur, blau oder rosa färben und bald verblassen. Die Elektrophorese ist innerhalb von 3,5 Std, die Chromatographie innerhalb von 24 Std durchführbar und gestatten die eindeutige Erkennung von 0,5 μg DAP. Das Original enthält die Skizze eines Chromatogrammes.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **40**, 1003—1006 (1958). Inst. Pasteur, Garches (Frankreich). — [2] Blass, J., O. Lecomte u. J. Polonowski: Bull. Soc. Chim. biol. **36**, 627 (1954). K. Söllner

Eine Methode zur spektrophotometrischen Bestimmung von reduziertem Glutathion teilen Y. Avi-Dor und R. Lipkin[1] mit. Das Verfahren beruht auf der Tatsache, daß Fluorbrenztraubensäure mit Thiolverbindungen, die keine freie Aminogruppe in α- oder β-Stellung haben, Verbindungen eingeht, die ein Absorptionsmaximum bei 275 mμ besitzen, das bei Boratzusatz nach 290 mμ wandert und

verstärkt wird. Bei p_H 2 liegt es bei 285 mμ. Die Maxima liegen bei Thiolen mit freier Aminogruppe in α- oder β-Stellung unter gleichen Bedingungen anders[2,3], so daß reduziertes Glutathion (GSH) neben Cystein bestimmt werden kann. — *Ausführung.* Zuerst stellt man eine Standardkurve her. 2,0 ml 1 m Boratpuffer vom p_H-Wert 8,1, 0,1 ml 0,1 m Fluorbrenztraubensäurelösung[3], wechselnde Mengen von 1 m-molarer GSH-Lösung (aus einer täglich neu angesetzten 0,1 m GSH-Lösung herstellt) und so viel Wasser, daß es ein Gesamtvolumen von 3 ml gibt, pipettiert man in die Photometerküvette. Der Blindansatz enthält alles außer GSH. Man läßt 5 min stehen und setzt dann 0,2 ml 5 n Salzsäure zu (auch Perchlorsäure oder Metaphosphorsäure ist anwendbar), was einen p_H-Wert von rund 2 bedingt. Gegen den Blindwert bestimmt man bei 285 mμ die Extinktion. Die Absorption von GSH ist so gering, daß sie nicht berücksichtigt zu werden braucht. Bei der Bestimmung unbekannter GSH-Lösungen verfährt man entsprechend. Von 0,033—0,166 m-molarer GSH-Lösung ist die Funktion linear. Die Ergebnisse sind mit einer Schwankung von 5% reproduzierbar. Zur Bestimmung von GSH und Cystein (Cy) nebeneinander mißt man die Extinktion bei 285 und 320 mμ und berechnet nach den Gleichungen:

$$E_{285} = E^{GSH}_{285}\,[GSH] + E^{Cy}_{285}\,[Cy] \text{ und } E_{320} = E^{GSH}_{320}\,[GSH] + E^{Cy}_{320}\,[Cy];$$

(Konzentration in den Klammern in mMol). Bei Konzentrationen von 0,05 bis 0,15 mMol GSH und 0,03—0,10 mMol Cy sind die Ergebnisse befriedigend.

[1] J. biol. Chemistry **233**, 69—72 (1958). Inst. Biol. Res. Ness Ziona (Israel). — [2] Avi-Dor, Y., u. J. Mager: Biochemic. J. **63**, 623 (1956). — [3] Avi-Dor, Y., u. J. Mager: J. biol. Chemistry **222**, 249 (1956); vgl. diese Z. **157**, 150 (1957).

E. Müller, Würzburg

Proteine. W. Pohlit und H. Schittko[1] haben die *elektrophoretische Wanderung von Proteinen auf Papier in der feuchten Kammer* mathematisch dargestellt und die Zuverlässigkeit der Formulierung am Experiment im Elphor-Gerät bewiesen. Als besonders interessantes und wesentliches Ergebnis kann herausgestellt werden, daß es danach an Hand einer mathematischen Beziehung möglich ist, die zur Trennung zweier Fraktionen optimale Feldstärke zu berechnen. Notwendig ist hierfür die Kenntnis zweier von der Feldstärke unabhängiger Konstanten, die beide experimentell relativ einfach zugänglich sind. Die Gleichung ermöglicht auch die Bestimmung der Beweglichkeit einzelner Fraktionen, wenn die einer zweiten bekannt ist. Die Elektroosmose hat hierauf keinen Einfluß.

[1] Kolloid-Z. **156**, 71—73 (1958). Max-Planck-Inst. Biophysik, Frankfurt/M.

K. Cruse

Über die Aufteilung der Serumproteine in ihre Fraktionen mittels elektrophoretischer und turbidimetrischer Methoden und das Verhältnis der Resultate zueinander berichten D. R. Davis, F. A. Teague, B. J. Dietz und R. E. Budd[1]. Die Untersuchungen werden im Nüchternblut von 49 Gesunden und 13 Patienten angestellt. Die Papierelektrophorese wird nach W. P. Jencks, E. L. Durrum und M. R. Jetton[2] durchgeführt, wobei die Werte mit einem integrierenden Densitometer ermittelt werden. Die Gesamteiweißstoffe bestimmen Verff. mit der Biuretmethode von A. G. Gornall, C. J. Bardawill und M. M. David[3], und die Trübungsmessung stellen sie mit der Methode von J. C. Auld und W. M. McCord[4] an. Als stimmend werden die elektrophoretischen Werte angenommen. Um bessere Vergleichsmöglichkeiten zu haben, drücken Verff. die gefundene Menge jeder einzelnen Fraktion in Prozenten Gesamteiweiß aus. Bei *Albumin*, *Albumin* + α_1-*Globulin* und γ-*Globulin* ist die Übereinstimmung relativ gut. Die entsprechenden Korrelationskoeffizienten lauten 0,863; 0,794 und 0,864. Bei α_2-Globulin, α_{1+2}-Globulin und β-Globulin bestehen starke Unterschiede, die Koeffizienten sind hier 0,716; 0,734

und 0,588. Verff. sind der Ansicht, daß man mit der einfachen Trübungsmesthode[4] eine A- oder Hypo-γ-Globulinämie nachweisen kann.

[1] J. Lab. clin. Med. **51**, 616—622 (1958). Naval. Med. School., Bethesda, Md. (USA). — [2] Biochemic. J. **60**, 205 (1955). — [3] J. biol. Chemistry **177**, 751 (1949). — [4] J. Lab. clin. Med. **46**, 476 (1955). E. Müller, Würzburg

Über den Vergleich von Methoden zur Bestimmung von Gesamteiweiß in Liquor cerebrospinalis und anderen stark verdünnten Eiweißlösungen berichtet H. P. Rieder[1]. Eingehende vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung von Albumin + Globulin (57 + 43% im Liquor) mit der Kjeldahlmethode nach I. Abelin[2] als Standardmethode, die für Routineuntersuchungen zu umständlich ist, der Sulfosalicylsäuretrübung, der direkten Extinktionsmessung im UV und der Folin-Cu-Methode (Folin-Reagens unter Zusatz von Cu^{II}-Ionen) nach O. H. Lowry u. Mitarb.[3] sowie M. Eggstein und F. H. Kreutz[4] ergeben, daß letztere trotz ihrer einfachen und schnellen Handhabung allein zuverlässige Werte liefert. Der Fehler bei der direkten Bestimmung der Extinktion im UV-Licht wird großenteils durch Ascorbinsäure bedingt.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 455—470 (1958). Psychiatr. und. Neurolog. Univ.-Klinik, Basel (Schweiz). — [2] Schweiz. med. Wschr. **24**, 332 (1943). — [3] J. biol. Chemistry **193**, 265 (1951). — [4] Klin. Wschr. **33**, 879 (1955).
E. Müller, Würzburg

Eine verbesserte Methode zur alkalischen Hydrolyse jodhaltiger Eiweißkörper gibt T. H. Kennedy[1] im Zuge von Untersuchungen über die *jodhaltigen Aminosäuren der Schilddrüse* an. Zwei käufliche Pankreaspräparate waren für die Hydrolyse ungeeignet, während ein selbst dargestelltes gute Werte lieferte. Die Alkalihydrolyse ließ sich vor allem durch Sauerstoffausschluß so verbessern, daß nicht mehr Jodid frei wird als bei der Fermentspaltung. Die Hydrolyseprodukte werden papier- und säulenchromatographisch in üblicher Weise bestimmt, wobei auch noch die Radioaktivität ausgewertet wird, nachdem die Versuchsratten 8—96 Std vorher ^{131}J injiziert bekommen haben. — *Ausführung der Alkalihydrolyse.* Das bis 100 mg Schilddrüse entsprechende Homogenat (unter Eiskühlung mit 0,1 ml Wasser + 10 bis 20 mg Glaspulver + 200 μg Methylthiouracil(I) oder Thioharnstoff(II) in der Reibschale hergestellt) gibt man in ein Glasrohr von 8—10 mm Innendurchmesser, bringt mit 10 n Natronlauge auf eine Laugenkonzentration von 2 n und verdünnt mit 2 n Natronlauge auf 4—5 ml. Man setzt 100 μg I oder II zu, entgast an der Wasserstrahlpumpe, schmilzt unter Vakuum zu und erhitzt 16—18 Std auf 98 bis 100° C. Zur Entfernung von Na^+ läßt man über den Austauscher IRC 50 (H^+-Form) laufen, eluiert mit 1 n Ammoniak bis der ^{131}J-Gehalt der Säule $< 1\%$ ist und bringt das Eluat im Vakuum bei 30° C fast zur Trockne, macht mit kolloidaler Kieselerde „halbfest", extrahiert 2—3mal mit 1 ml 0,1 n Ammoniaklösung in 90%igem Methanol, filtriert durch einen kleinen Wattepfropf und bringt im Vakuum zur Trockne.

[1] Austral. J. exp. Biol. med. Sci. **11**, 106—113 (1958). Univ. Otago, Dunedin. Neu-Seeland (Australien). E. Müller, Würzburg

Hämolymphe-Proteine von Insektenlarven werden von J. M. Denucé und M. Rabaey[1], mittels Ultramikroelektrophorese auf Agar nach folgender *Vorschrift* getrennt. Ein Objektträger wird mit einer 1,5—2 mm dünnen Schicht 1,25%iger Agarlösung in Veronalpufferlösung (p_H 8,4, Ionenstärke 0,05) überzogen. 1—3 μl Hämolymphe werden dann sofort nach Entnahme aus dem Insekt in eine Spalte im Agar einpipettiert. Mit Lederläppchen als Verbindung zur Pufferlösung wird dann

10 min bei 200 V elektrolysiert (~ 14 mA). Das Gel wird anschließend fixiert, entwässert und in saurer Lösung von Naphtholblauschwarz (Geigy) gefärbt. Die Pherogramme werden in Toluol durchscheinend gemacht und zur Auswertung vergrößert projiziert und mit einer Photozelle durchmessen. Es werden in der Regel beträchtlich mehr Fraktionen als bei papierelektrophoretischer Untersuchung festgestellt, ihre quantitativen Anteile sind angegeben. Die relative Lage der einzelnen Fraktionen ist ebenfalls verschieden von derjenigen im Papierpherogramm.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 517–521 (1957). Reichsuniv. Gent (Belgien).
K. Cruse

Für die Mikrobestimmung von Glucose in Blut oder Plasma hat J. A. C. van Pinxteren[1] die Bestimmung von Hagedorn und Jensen modifiziert. Das bei der Oxydation von Glucose durch alkalische Hexacyanoferrat(III)-lösung gebildete Hexacyanoferrat(II) wird amperometrisch mit Zinksulfatlösung titriert unter Festlegung des Endpunktes nach der Dead stop-Methode. Die von Hagedorn und Jensen angegebene Enteiweißung mit Zinkhydroxyd ist für diese Modifikation nicht anwendbar, weil dabei die Lösung nicht ganz frei von Zinkionen wird. Das Eiweiß wird daher mit einer 10%igen Natriumwolframatlösung ausgefällt. — *Arbeitsvorschrift.* Man versetzt die Lösung der Glucose (50–300 μg) mit 1 ml Cyanoferratlösung [1,65 g $K_3Fe(CN)_6$ in 500 ml] und 1 ml Pufferlösung (174 g K_2HPO_4 + 11,2 g KOH auf 500 ml) und stellt das Volumen auf 5 ml ein. Man erhitzt 10 min auf dem kochenden Wasserbad, versetzt nach dem Kühlen in Eiswasser mit 1 ml 4 n Schwefelsäure und titriert mit der Zinksulfatlösung. Sind mehr als 250 μg Glucose vorhanden, nimmt man statt 1 ml 1,5 ml Pufferlösung.

[1] Pharm. Weekbl. **93**, 753–759 (1958) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Utrecht (Holland).
L. Acker

Um bei der Inulinbestimmung in Blut und Urin den störenden Einfluß von Glucose auszuschalten, benutzen E. R. Froesch, J. B. Reardon und A. E. Renold[1] Glucoseoxydase zur Oxydation von Glucose zu Glucuronsäure. — *Arbeitsweise.* Zu 1 ml Blut oder Urin gibt man 2 ml Enzymlösung, die man aus 0,25 mg Enzym je ml 0,154 m Acetatpufferlösung, p_H 5,6, bereitet (19 Teile 0,154 m Essigsäure + 181 Teile 0,154 m Natriumacetatlösung). Die 10 ml-Röhrchen werden zur Schaumverhütung mit 1 Tr. Caprylalkohol versetzt und dann 1 Std im Wasserbad auf 37° C erwärmt. Für Durchlüftung ist zu sorgen. Dann wird mit 1 ml 5%iger Zinksulfatlösung und 1 ml 0,5 n Natronlauge enteiweißt. Nach dem Zentrifugieren wird von der überstehenden Lösung ein aliquoter Teil verdünnt und mit 0,15%iger äthanolischer (95%) Resorcinlösung und konz. Salzsäure, die im Liter 7,5 mg Eisenchlorid enthält, versetzt und die colorimetrische Inulinbestimmung nach A. Higashi und L. Peters[2] durchgeführt.

[1] J. Lab. clin. Med. **50**, 918–921 (1957). Havard Med. School und Peter Bent Brigham Hosp., Boston, Mass. (USA). — [2] J. Lab. clin. Med. **35**, 475 (1950); vgl. diese Z. **134**, 78 (1951/52).
B. Rossmann

Eine verbesserte Methode zur chemischen Bestimmung von Catechinaminen (Epinephrin und Norepinephrin) im Urin hat R. B. Johnson jr.[1] ausgearbeitet. Die Catechinamine werden mit Hilfe der Adsorptionschromatographie angereichert und im Eluat nach einer Modifikation der von A. Lund[2] sowie von U. S. von Euler und I. Floding[3] angegebenen Methode fluorimetrisch bestimmt. — *Arbeitsweise.* 24 Std-Harn, in 10 ml 6 n Salzsäure und 2 g kristallisierter Oxalsäure gesammelt und wenn notwendig mit dest. Wasser auf 1,5 l verdünnt, wird filtriert. 150 ml vom Filtrat werden mit 6 n Salzsäure auf p_H 1,5–1,8 eingestellt. Man erhitzt aliquote Teile (jeweils 50 ml) 15 min im kochenden Wasserbad, kühlt ab, versetzt

mit 30 ml 0,2 m Natriumacetatlösung (mit gesätt. Natriumcarbonatlösung auf p_H 8,5 eingestellt), stellt durch tropfenweise Zugabe von 25%iger Na_2CO_3-Lösung auf p_H 8,5 ein und filtriert unmittelbar danach mit möglichst hoher Fließgeschwindigkeit durch eine Aluminiumoxydsäule (Länge 30 cm, ⌀ 14 mm), die 2,5 g Al_2O_3, (Woelm I, sauer) enthält [mit 5 ml der 0,2 m Natriumacetatlösung (p_H 8,5) eingeschlämmt]. Man wäscht mit 10 ml 0,2 m Natriumacetatlösung (p_H 8,5) und 50 ml dest. Wasser nach. Anschließend läßt man 0,25 n Schwefelsäure bei verminderter Durchlaufgeschwindigkeit die Säule passieren. Sobald die austretende Lösung gegen Bromthymolblau sauer reagiert, werden die nachfolgenden 10 ml vom Eluat (sie enthalten die Catechinamine) gesammelt und zur weiteren Analyse verwendet (die Eluate können bis zu 4 Monaten bei 2—5° C aufbewahrt werden). — *Fluorimetrische Bestimmung der Catechinamine.* Für die Blindproben versetzt man 1 ml 1 m Acetatpufferlösung (p_H 6,3) mit 0,1 ml 0,25%iger Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung, schüttelt, wartet genau 2 min, versetzt dann mit 0,9 ml 20%iger Natronlauge, mischt gut durch und läßt 10 min stehen. Inzwischen werden 0,2 ml der oben erhaltenen Eluate sowie 0,2 ml Standardlösung (siehe unten) in derselben Weise behandelt. Nach Zugabe der Hexacyanoferratlösung wird jedoch noch zusätzlich 1 ml frisch bereitete Natriumascorbinatlösung hinzugefügt (9 Teile 5 n Natronlauge + 1 Teil frisch bereiteter 2%iger Ascorbinsäurelösung). Anschließend gibt man zu den Blindlösungen jeweils 0,1 ml der frisch bereiteten 2%igen Ascorbinsäurelösung, verdünnt alle Lösungen mit Wasser auf 10 ml und mißt nach genau 10 min die entsprechenden Fluorescenzen, die man mit einer Strahlung von 365, 400 bzw. 436 mμ erregt hat, bei 510 mμ. Die Reproduzierbarkeit der Methode ist mit ± 10% für einen normalen Konzentrationsbereich angegeben. Bei 42 Erwachsenen beträgt der Gesamtgehalt des Urins an Catechinaminen (ausgedrückt als Norepinephrin) zwischen 0 und 342 μg/24 Std. — *Standardlösungen.* Zur Herstellung der Epinephrinstammlösung werden 181,9 mg Epinephrinbitartrat oder 100 mg der freien Base in 100 ml 0,1 n Schwefelsäure gelöst. Die Norepinephrinstammlösung wird aus 20,1 mg kristallisiertem L-Arterenolbitartrat (gelöst in 10 ml 0,1 n Schwefelsäure) hergestellt. Im Kühlschrank aufbewahrt sind die 0,1%igen Stammlösungen etwa 6 Monate haltbar. Sie werden für die Analyse (als Arbeitsstandard) mit 0,1 n Schwefelsäure im Verhältnis 1 : 1000 verdünnt. — Bei der Durchführung der Analyse wie auch zur Herstellung der einzelnen Reagenslösungen soll ausschließlich bidest. Wasser verwendet werden.

[1] J. Lab. clin. Med. **51**, 956—963 (1958). Stripps Clin. Res. Found., La Jolla, Calif. (USA). — [2] Acta pharmacol. **5**, 231 (1949); vgl. diese Z. **133**, 457 (1951). — [3] Acta physiol. scand. **33**, 45 (1955); Scand. J. Clin. a. Lab. Invest. **8**, 288 (1956); vgl. diese Z. **155**, 76 (1957). K. Machner

5-Formylfuransäure (5-Aldehydo-brenzschleimsäure) und 2,5-Diformylfuran (2,5-Difurfuraldehyd) geben nach J. M. Bowness[1] unter den früher angegebenen Bedingungen[2] sowohl die Schwefelsäure- als auch die Carbazolreaktion. Auf Grund umfangreicher Versuche kommt Verf. zu dem Schluß, daß die Carbazolreaktion der Uronsäuren auf der intermediären Bildung von 5-Formylfuransäure beruht. Dieser Körper bedingt die Absorption im Ultraviolett. Unter den gleichen Bedingungen gibt auch 2,5-Diformylfuran eine Färbung, aber mit einem anderen Absorptionsspektrum. Um die Unterschiede der Absorptionskurven nach Reaktion bei 100 und bei 60° C zu klären, werden die Bildungsmöglichkeiten verschiedener Umwandlungsprodukte diskutiert.

[1] Biochemic. J. **70**, 107—110 (1958). Univ. Singapore. — [2] Bowness, J. M.: Biochemic. J. **67**, 295 (1957); vgl. diese Z. **166**, 233 (1959). — Dische, Z.: J. biol. Chemistry **183**, 489 (1950). B. Rossmann

Namen- und Sachverzeichnis des 167. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abd El Raheem, A. A., Omega Chrome Fast Blue 2 G: A New Metal Indicator for EDTA Titrations 98 [Or]. — Siehe auch Amin, A. M., sowie Flaschka, H.

Abell, L. A., B. B. Levy und F. E. Kendall, Bestimmung von Cholesterin 236

Abramov, M. K., und I. L. Teodorovič, Bestimmung von Ammoniumsulfat in Serum 144

Adams, M. L., und M. H. Swann, Nachweis von Phthalsäureisomeren und Benzoesäure in Alkydharzen 449. — Siehe auch Swann, M. H.

Adams, R. N., J. H. McClure und J. B. Morris, Chronopotentiometrie 200

Adoneva, N. V., siehe Goljand, S. M.

Agasjan, P. K., Bestimmung von Zink und Cadmium nebeneinander 281

Aird, R. B., siehe Alberts, W. W.

Akimova, A. A., siehe Kuznecov, V. I.

Alberts, W. W., E. Brochmann-Hanssen, R. B. Aird und S. Winston, Bestimmung des Sauerstoffpartialdrucks in der Cerebrospinalflüssigkeit 144

Alexander jr., R. L., siehe Hellmann, M.

Algeri, E. J., Isolierung von Barbituraten aus verwesendem Organmaterial für forensische Zwecke 320

Alimarin, I. P., und I. M. Gibalo, Radiometrische Titration von Silber 380

Alimarin, I. P., und V. S. Sotnikov, Bestimmung von Zirkonium mit verschiedenen Reagentien 54

Almássy, Gy., und A. Kiss, Colorimetrische Mikrobestimmung von Uran auf Grund der aktiven Reaktion von Uran(IV) und Eisen(III) 285

Almásy, A., Bestimmung der Seltenen Erden nebeneinander 284

Alsberg, F. R., siehe Hoffman, F. F.

Althoff, H., Säure-Base-Titrationen und elektrometrische Titrationsmethoden 200

Amin, A. M., A. A. Abd El Raheem und F. A. Osman, Eriochrome Black A as Reagent for Spectrophotometric Microdetermination of Cobalt in Presence of Nickel 8 [Or]

Amis, E. S., siehe Blair, J. W.

Anderegg, G., H. Flaschka, R. Sallmann und G. Schwarzenbach, Phthaleinkomplexon 143

Anderson, J. R. A., J. L. Garnett und L. C. Lock, Reagens für den fluorimetrischen Nachweis von Zinn 286

Andreoli, E. M., siehe Tappi, G.

Angapindu, A., H. Silberman, P. Tantivatana und I. R. Kaplan, Papierchromatographische Chlorophylltrennung an Cellulosesäulen 442

Anikin, A. G., und G. M. Dugačeva, Bestimmung des Reinheitsgrades von Kohlenwasserstoffen durch Messung der Erstarrungstemperatur 125

Antropov, L. I., siehe Čečel, P. S.

Appalaraju, N., siehe Rao, G. Gopala

Arison, B. H., O. C. Speth und N. R. Trenner, Bestimmung von Gibberellinsäure in der Gärmasse 443

Ascoli, L., siehe Folch, J.

Ashworth, M. R. F., siehe Walisch, W.

Atamanenko, N. N., und N. I. Belinskaja, Bestimmung von Jod und Brom in Meerkohl 442

Athavale, V. T., siehe Das, M. S.

Atrošenko, M. P., und M. S. Kozyreva, Bestimmung von Silicium und Phosphor in Titandioxyd 388

Aubanel Herrera, M., siehe del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M.

Augustinsson, K.-B., Elektrophoretische Trennung und Klassifizierung von Blutplasmaesterasen 318

Aull, J. C., und W. M. McCord, Trübungsmessung zur Bestimmung von Proteinen 461

Avi-Dor, Y., und R. Lipkin, Bestimmung von reduziertem Glutathion 460

Avi-Dor, Y., und J. Mager, Bestimmung von Glutathion 461

Baar, S., Mikrobestimmung von Calcium in Serum 142

Babaeva, A. V., und O. N. Evstafjeva, Spektrographische Bestimmung verschiedener Metalle in Rhodium und Iridiumraffinaten 66
Babko, A. K., und O. M. Jeremenko, Photometrische Bestimmung von Cer als Peroxydkomplex 52
Babko, A. K., und L. V. Markova, Colorimetrische Bestimmung von Sulfationen unter Anwendung gefärbter Zirkonium- und Thoriumkomplexe 434
Babko, A. K., und E. V. Romanišina, Analysengang zur Bestimmung von Rubidium 67
Bacon, J. S. D., Trennung von Monosacchariden 362
Bähr, G., und D. Thiele, Photometrische Bestimmung von Kupfer mit Diacetyldithiobenzhydrazon 47
Bailey, R. W., Untersuchung von zwei fructosehaltigen Disacchariden 131
Baiulescu, Gh., siehe Popa, G.
Bakács-Polgár, E., Die volumetrische Bestimmung von Phosphationen in Anwesenheit von Calcium- und anderen Metallionen 353 [Or]
Baker, B. B., Bestimmung von Flußsäure mit roter rauchender Salpetersäure 71
Balcázar Padilla, J., siehe del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M.
Bandelin, F. J., und R. E. Pankratz, Colorimetrische Bestimmung von Salpetersäureester 391
Banick jr., W. M., und G. F. Smith, Eisen(III)-komplexe mit 2,2′-Dipyridyl und einigen seiner 4,4′-disubstituierten Derivate 436
Bankovskij, Ju. A., siehe Kuznecov, V. I.
Bardawill, C. J., siehe Gornall, A. G.
Bardoděj, Z., und M. Krivucová, Bestimmung von Trichloräthanol und Trichloressigsäure 360
Barinskij, R. L. Quantitative Bestimmung der Seltenen Erden in Mineralien und Konzentraten 197
Barker, S. B., M. J. Humphrey und M. H. Soley, Bestimmung von eiweißgebundenem Jod 145, 206
Barker, S. B., und W. H. Summerson, Bestimmung von Acetaldehyd 217
Barnholdt, B., Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A und Carotin in Margarine 206
Barrollier, J., siehe Heilmann, J.
Bartelt, W. F., und E. E. Hamlow, Prüfung von Cellulosepulver auf die Eignung zur chromatographischen Abtrennung von Reserpin 400
Barth, F. W., und T. E. Timell, Anwendung von Säulen aus Kokosnußkohle zur Trennung von Kohlenhydraten 362
Bartlet, J. C., siehe Stewart, J. A.
Bartlett, J. K., und D. A. Skoog, Bestimmung von Schwefel in Wässern 378
Bate-Smith, E. C., und R. G. Westall, R_M-Werte organischer Stoffe 290, 292
Batrakova, T. A., siehe Emeljanova, I. Z.
Baudisch, O., siehe Ellis, G. H.
Bauer, Š., siehe Bauerová, O.
Bauerová, O., und Š. Bauer, Bestimmung von L-Phenylacetylcarbinol 127
Baumann, C. A., siehe Lhoest, W.
Bayer, E., und K.-H. Reuther, Nachweis von Estern niederer Fettsäuren 299
Becker, E., und L. Krull, Colorimetrische Bestimmung von Phosphor in Speiseölen 368
Beckering, W., und W. W. Fowkes, Bestimmung von Brenzcatechin 364
Beissenherz, G., H. J. Boltze, T. Bücher, R. Czok, H. Garbade, E. Meyer-Arendt und G. Pfleiderer, Nachweis von Enzymen 159
Belcher, R., R. A. Shah und T. S. West, Bestimmung von Jod und Brom in organischen Verbindungen 289
Belcher, R., und H. Weisz, Qualitative Analyse von Anionen 45
Belinskaja, N. I., siehe Atamanenko, N. N.
Beljaev, Ju. I., siehe Zajdel', A. N.
Bell, R. N., Bestimmung von Phosphaten 432
Bellen, Z., Bestimmung von Formaldehyd und Polyoxymethylenen in Formalin 359
Benard, P., siehe Deibner, L.
Benedict, J. H., siehe Schramm, G.
Benerito, R. R., siehe Talluto, K. F.
Berg, E. W., und W. L. Senn jr., Trennung von Rhodium und Iridium 437
Berg, H. W., siehe Brieskorn, C. H.
Berger, K. C., und E. Truog, Bestimmung von Bor mit 1,1′-Dianthrimid 440
Bergmann, F., S. Dikstein und M. Chaimovitz, Bestimmung von Xanthin- und Harnsäurederivaten in Plasma 311. — Siehe auch Dikstein, S.

Berman, S. S., und W. A. E. McBryde, Bestimmung der Platinmetalle durch Ionenaustausch 58. — Trennung von Rhodium und Iridium durch Ionenaustausch 60. — Siehe auch Cluett, M. L.

Bermejo Martinez, F., und R. Rey Mendoza, Analytische Anwendung der Chelone XVII. Das Murexid als Indicator für die maßanalytische Makro- und Mikrobestimmung von Kupfer mit einer Maßlösung von 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure 261 [Or]

Bernhard, R. A., Untersuchung von Citronenöl 206

Bernštein, V. N., Bestimmung von Vitamin B_1 137

Bernton, H. S., siehe Spies, J. P.

Bespalova, I. D., siehe Narbutt, K. I.

Betina, V., Papierchromatographische Ermittlung des günstigsten p_H-Wertes zur Extraktion von Antibioticis 396

Bézanger-Beauquesne, L., siehe Charonnat, R.

Bezuglova, T. I., siehe Spiridonova, O. S.

Bezuglyj, V. D., und V. N. Dmitrieva, Bestimmung des Benzoylperoxydgehaltes einiger Kunststoffe 218. — Polarographische Untersuchung einiger Plastmassen 448

Bianchessi, M. Bestimmung von Brenztraubensäure im Blut von Leberkranken und Diabetikern 152

Biesold, D., und E. Strack, Bestimmung von Glycerin in Blut und Serum 236

Birk, P., siehe Zöllner, N.

Bischoff, Grab und Kapfhammer, Bestimmung von Betain 295

Bitovt, Z. A., siehe Gusev, S. I.

Blackburn, R., siehe Nachlas, M. M.

Blair, J. W., und E. S. Amis, Flüssig-flüssig-chromatographie einer Mischung von Hexan, Chloroform und Benzol auf Silicagel 39

Blake, G. G., Auswertung von Papierchromatogrammen 197

Blanquet, P., siehe Meyniel, G.

Blass, J., Schnellbestimmung von Diaminopimelinsäure in Bakterienhydrolysaten 460

Blass, J., O. Lecomte und J. Polonowski, Nachweis von Diaminopimelinsäure 460

Blix, G., Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin nebeneinander 295

Bljachman, A. A., siehe Fajnberg, S. Ju.

Block, R. J., E. L. Durrum und G. Zweig, Bestimmung von Aminosäuren 229

Blumson, N. L., siehe Pontis, H. G.

Boas, N. F., Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin nebeneinander 295

Bock, R. M., und N.-S. Ling, Methode der Trennung der Nucleotide 312

Bode, F., Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 227

Bodnar, S. J., und S. J. Mayeux, Bestimmung von Alkoholen, Äthern und Aceton in wäßriger Lösung 127

den Boef, G., und A. Daalder, Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. III. Die Bestimmung von Antimon(III) 430 [Or]

Bohn, H., siehe Fischer, F. G.

Boltze, H. J., siehe Beissenherz, G.

Bonavita, V., und V. Scardi, Färbemittel zur quantitativen Proteinbestimmung bei der Papierelektrophorese 154. — Siehe auch Scardi, V.

Bonnet, J., siehe Brunisholz, G.

Booth, R. E., siehe Wagner, J. G.

Borecký, J., J. Gasparič und M. Večeřa, Identifizierung und Trennung der C_1-C_{18}-Alkohole mittels Papierchromatographie 290

Borisova, L. V., siehe Rjabčikov, D. I.

Borok, M. T., Bestimmung der Stickoxyd-Konzentration in Kokereigasen 378

Bose, S., Bestimmung von Jodoform und Aceton 129

Bottle, R. T., und G. A. Gilbert, Bestimmung von Glucose und Maltose 131

Bowden, C. H., N. F. MacLagan und J. H. Wilkinson, chromatographischer Nachweis von Thyroxin 304

Bowness, J. M., Bestimmung von 5-Formylfuransäure und 2,5-Diformylfuran 464

Boyd, C. C., und W. K. Easley, Trennung von Kupfer und Cadmium 202

Boyd, G. E., siehe Ketelle, B. H.

Boyle, A. J., siehe Goodwin, J. F.

Brackett, J. W., siehe Bradford, L. W.

Bradford, L. W., und J. W. Brackett, Spektrophotometrische Daten für 166 giftige organische Substanzen, 25 Pflanzenbasen und 4 menschliche Stoffwechselprodukte 319

Bradley, H. B., siehe Mutchler, J. M.
Bräuniger, H., und H. Duda, Analytik von Sulfanilyl-n-butylcarbamid 394
Bray, R. H., siehe Cheng, K. L.
Bresler, A. E., siehe Whitehouse, M. W.
Brieskorn, C. H., und H. W. Berg, Photometrische Bestimmung proteingebundener Hexosen 237
Brochmann-Hanssen, E., siehe Alberts, W. W.
Brown, P. M., siehe Karr jr., C.
Brunisholz, G., und J. Bonnet, Entfernung störender Ionen durch Kationenaustauscher 282
Bucerzan, J., siehe Grecu, I.
Buchanan, J. G., C. A. Dekker und A. G. Long, Nachweis von Pyrimidindesoxyribosiden und Desoxyribotiden 312
Buck, R. R., siehe Mader, W. J.
Budd, R. E., siehe Davis, D. R.
Budevskij, O. B., Komplexometrische Bestimmung und Abtrennung von Kupfer von störenden Bestandteilen 279
Bücher, T., siehe Beissenherz, G.
Büchi, J., und H. Schumacher, Quantitative papierchromatographische Alkaloidbestimmung 398
Buijze, C., siehe Tertoolen, J. F. W.
Bukin, W. N., und I. N. Garkina, Bestimmung von Vitamin D im Blutserum 308
Bulbrook, R. D., F. C. Greenwood und B. S. Thomas, Bestimmung von 11-Desoxy-17-ketosteroiden im Harn adrenalektomierter Frauen 307
Burger, K., siehe Schulek, E.
Burkser, E., W. L. Milgewskaja und R. W. Feldmann, Bestimmung von Rubidium in Silicatmineralien 66
Burkser, E. S., und T. G. Kornjenko, Bestimmung von Rubidium in Silicatmineralien 66
Burstein, S., und R. I. Dorfman, Isotopenverdünnungsmethode zur Trennung von Steroiden 158
Buruiana, L. M., Mikrobestimmung der Milchproteide mittels der Xanthoproteinreaktion 370
Buscaglia, S., siehe Rosenthal, H. L.
Busev, A. I., und M. I. Ivanjutin, Trennung des Cadmiums von Zink und anderen Elementen 51
Bush, M. T., und P. M. Densen, Trennung von Rhodium und Iridium 437
Busse, L. W., siehe Lhoest, W.
Butney, B. F., und R. Calvo, Bestimmung von Sterinen im Wollfett 300
Butt, L. T., und H. E. Stagg, Automatische Titration primärer aromatischer Amine unter Verwendung von salpetriger Säure 365
Buyers, A. G., Bestimmung von Mono-, Di- und Triphosphat in wäßrigen Lösungen 432

Čajka, M. P., siehe Zajdel', A. N.
Calvo, R., siehe Butney, B. F.
Campbell, J. E., siehe McFarren, E. F.
Canetta, E., Bestimmung der Feuchtigkeit in wärmeempfindlichem Material 75
Capek, K., und R. Hloch, Bestimmung der Vitamine B_1, B_2 und B_6 sowie Nicotinsäureamid 372
Carballido-Ramallo, O., siehe González-Carreró, J.
Cats, H., und H. Onrust, Identifizierung von Konservierungsmitteln durch Papierchromatographie 374
Cavallini, D., und F. Frontali, Bestimmung von Brenztraubensäure 152
Cavina, G., und L. Tentori, Elektrophoretische und chromatographische Trennung von butanollöslichen Harn-17-Ketosteroidkonjugaten 157
Ceaușescu, D., Konduktometrische Bestimmung von Kupfer mit Natriumthiosulfatlösung 279. — Colorimetrische Bestimmung von freiem Chlor 436
Čečel, P. S., und L. I. Antropov, Bestimmung von Ameisensäure und Formiaten 130
Cennamo, C., und C. Parmeggiani, Colorimetrische Bestimmung von Benzaldehyd 133. — Bestimmung von Salicylaldehyd 134
Cerri, O., Bestimmung von 2-p-Chlorphenyl-3-methyl-2,3-butandiol 298
Chaimovitz, M., siehe Bergmann, F., sowie Dikstein, S.
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Chalmers, R. A., und D. A. Thomson, Rasche Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 123
Chalturin, V. S., siehe Mochov, L. A.
Chambers, D. C., siehe Spies, J. P.
Charlamov, I. P., P. Ja. Jakovlev und M. L. Lykova, Spektrophotometrische Niobbestimmung in Legierungen 208
Charonnat, R., und L. Bézanger-Beauquesne, Bestimmung von Ascorbinsäure 372

Chartier, J., F. W. van Klaveren und G. Vaillancourt, Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Eiweißhydrolysat 226
Chaturvedi, R. K., siehe Ramaiah, N. A.
Cheng, K. L., und R. H. Bray, Bestimmung von Kupfer 137
Chiarlo, B., Trennung von Reserpin an Cellulosepulver 400
Chilcote, M. E., und R. D. Wasson, Bestimmung von Calcium in Serum oder Urin 143
Chittum, J. W., T. A. Gustin, R. L. McGuire und J. T. Sweeney, R_f-Werte von halogenierten Essig- und Propionsäuren 361
Chrip, J. D., siehe Watt, G. W.
Christensen, L. K., Bestimmung von Pepsin im Harn 239
Christian, J. E., siehe Mantsavinos, R.
Chuang, Wen-Teh, siehe Kao, Sheau-Shya
Číhalík, J., und D. Vavreinová, Jodmonochlorid als Maßflüssigkeit 205
Číhalík, J., und J. Voráček, Jodmonochlorid als Maßflüssigkeit 205
Čistjakova, E. M., siehe Kljačko, Ju. A.
Clark, L. J., Bestimmung von Kobalt im Boden und Gesteinen 440
Clark, R. E. D., Verwendung von o-Dithiolen in der qualitativen Analyse 202. — Bestimmung von Nickel mit Hilfe von Chinoxalin-2,3-dithiol 287
Clark, R. O., siehe Fanale, D. T.
Clinch, J., und M. J. Guy, Mangan-bestimmung in Ceroxyd 387
Cluett, M. L., S. S. Berman und W. A. E. McBryde, Trennung von Rhodium und Indium durch Ionenaustausch 60
Cogswell, G. W., siehe O'Connor, W. F.
Cohen, L. E., Bestimmung glasiger Phosphate 210
Cohn, V. H., siehe Kenny, A. D.
Collins, F. D., und L. W. Wheeldon, Bestimmung von Äthanolamin und Serin 459. — Siehe auch Wheeldon, L. W.
Commins, B. T., Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe in Ruß und Rauch 444
Cook, G. P., J. K. Foreman und E. F. Kemp, Polarographische Reduktion von Plutonium(VI) zu Plutonium(V) 285
Cook, J. H., siehe Pohle, W. D.
Cooper, R. L., Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe 444
Corbridge, D. E. C., und F. R. Tromans, Identifizierung von Natriumphosphaten mit einer fokussierenden Röntgenkamera 197
Cornet, C., J. Coursier und J. Huré, Trennung mehrerer Ionen mittels Verdrängung an Ionenaustauschern 199
Corwin, J. F., siehe Shaw, E. R.
Costa, A. C., Komplexometrische Titration von Zink, Cadmium, Blei, Wismut und Nickel 50
Coulson, D. M., Bestimmung von Aldehyden und Ketonen in der Luft und in Gasgemischen 376
Coulson, E. J., siehe Spies, J. P.
Coupechoux, R., siehe Kahane, E.
Coursier, J., siehe Cornet, C.
Cox, B. C., H. C. Heim und Ch. F. Poe, Papierchromatographische Trennung von Antihistaminicis 391
Coyle, Ch. F., siehe Hellmann, M.
Crane, jr., F. E., Tüpfelnachweis von Aminen und deren Salzen 359
Cremer, M., siehe Specker, H.
Cribier, J., Bestimmung von Arsen 319
Cristau, B. Mikrobestimmung von Arsen durch Polarographie 319
Critchfield, F. E., und J. B. Johnson, Titration schwacher Basen in Gegenwart großer Salzmengen 43
Croes, A. W., Papierchromatographischer Nachweis flüchtiger aliphatischer Carbonsäuren in Teig- und Backwaren 369
Cromwell, B. T., und S. D. Rennie, Bestimmung von Betain 295
Csányi, L. J., und F. Solymosi, Bestimmung von Peroxydverbindungen nebeneinander 277
Čulkova, Z. S., und I. I. Gumina, Bestimmung der Zusammensetzung von Aminosäuren im Blutserum 226
Cullis, C. F., siehe Hashmi, M. H.
Currie, G. T., siehe Ellis, R.
Čuta, J., siehe Hanušová, J.
Cutolo, E., Halbquantitative Bestimmung von Carbonanhydrase 240
Czok, R., siehe Beissenherz, G.

Daalder, A., siehe den Boef, G.
Dale, J. K., siehe Wagner, J. G.
Dam, H., siehe Schilling, K.
Das, H. S., siehe Sant, U. A.
Das, M. S., und V. T. Athavale, Bstimmung von Tributylphosphat 213

Datta, S. K., Analytical Aspects of Some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part VI. Analytical Reactions of some "SNADNS" Dyes 105 [Or]
David, M. M., siehe Gornall, A. G.
Davis, D. R., F. A. Teague, B. J. Dietz und R. E. Budd, Aufteilung der Serumproteine 461
Davis, G. K., siehe McCall, J. T.
Dean, J. A., siehe Willard, H. H.
van Deemter, J. J., F. J. Zuiderweg und A. Klinkenberg, Theorie der Gaschromatographie 40
Deibner, L., und P. Benard, Bestimmung von Kalium in Wein 367
Dekker, C. A., siehe Buchanan, J. G.
Delbarre, F., siehe Polonovski, M.
Del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M., siehe unter „R"
DeLuca, H. A., siehe Robinson, G. A.
Demidov, A. V., siehe Mochov, L. A.
Den Boef, G., siehe unter „B"
Densen, P. M., siehe Bush, M. T.
Denucé, J. M., und M. Rabaey, Bestimmung von Hämolymphe-Proteinen in Insektenlarven 462
Desgrez, P., siehe Polonovski, M.
Detmar, D. A., siehe Tertoolen, J. F. W.
Dewald, W., H. Schmidt und K.-H. Neeb, Bestimmung von Phosphaten 432
De Wet, W. J., siehe unter „W"
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Deyl, Z., siehe Ettel, V.
Dicent, V. E., Polarographische Bestimmung von 2-Äthylanthrachinon, Tetrahydro-2-äthylanthrachinon und Octahydro-2-äthylanthrachinon 366
Dickens, F., und D. H. Williamson, Bestimmung von Hydroxypyruvat und Glykolaldehyd 152
Dietz, B. J., siehe Davis, D. R.
Dikstein, S., F. Bergmann und M. Chaimovitz, Bestimmung von Xanthin- und Harnsäurederivaten im Urin 312. — Siehe auch Bergmann, F.
Dimler, R. J., siehe Jeanes, A.
Dische, Z., Bestimmung von 5-Formylfuransäure und 2,5-Diformylfuran 464
Dmitrieva, V. N., siehe Bezuglyj, V. D.
Donegan, L., siehe Parker, G.
Donhoffer, Sz., I. Járai, Gy. Mestyán, Gy. Szegvári und I. Várnai, Papierchromatographieche Untersuchung von Thyroxin- und anderen Jodthyroninpräparaten 304
Dorfman, R. I., siehe Burstein, S.
von Dorrien, J., siehe Svanborg, A.
Duca, A., und D. Stănescu, Bestimmung von Spurenelementen im Boden 70
Duda, H., siehe Bräuniger, H.
Dugačeva, G. M., siehe Anikin, A. G.
Durrum, E. L., siehe Block, R. J., sowie Jencks, W. P.
Dušinský, G., Polarographische und oscillographische Bestimmung von Brucin 400
van Duuren, B. L., und F. L. Schmitt, Bestimmung von Squalen im Zigarettenrauchkondensat 80
Dychanov, N. N., und R. I. Švidko, Bestimmung des Eusintomycins 297

Easley, W. K., siehe Boyd, C. C.
Eckhard, S., siehe Koch, W.
Edström, J.-E., Bestimmung von Ribonucleinsäure im Bereich unter Mikrogrammen 315
Egger, E., und F. Lorenz, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 393
Eggstein, M., Durchführung von Harnstoff-, Kreatinin- und Harnsäurebestimmungen 150
Ehrlich-Rogozinsky, S., siehe Kirsten, W.
El Din Ibrahim, siehe Schöniger, W.
Ellin, R. I., siehe Rippie, E. G.
Ellis, G. H., G. Matrone und L. A. Maynard, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen im Boden 71
Ellis, G. H., E. G. Zook und O. Baudisch, Bor-Dianthrimidkomplex 440
Ellis, R., A. M. Gaddis und G. T. Currie, Papierchromatographische Trennung gesättigter, aliphatischer n-Aldehyde 128
El-Sadr, M. M., siehe Selim, A. S. M.
Elson, L. A., und W. T. J. Morgan, Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin nebeneinander 295
Emeljanova, I. Z., und T. A. Batrakova, Bestimmung der reduzierenden Zucker in Holzhydrolysaten und in Sulfitlaugen 73
Emr, A., siehe Körbl, J.
Enyedi, B., und A. S. Kiss, Bestimmung von Methan in Synthesegas 72
Erdey, L., und G. Svehla, Analytische Anwendungen der ascorbinometrischen Bestimmung von Hexacyanoferrat(III). II. Mitteilung. Ascorbinometrische Bestimmung von freien Halogenen, Hypohalogeniten, Halogeniten und Halogenaten 164 [Or]

Erlandsen, R., siehe Walker jr., H. G.
Essen, A. I., siehe Filimonov, L. N.
Estep, P. A., siehe Karr jr., C.
Estibotte, M., siehe Meyniel, G.
Étienne, A., und J. Léger, Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen durch Verbrennung 288
Ettel, V., J. Pospíšil und Z. Deyl, Papierchromatographische Analyse der bei der Nitrierung von Toluol entstehenden Stoffgemische 213
von Euler, U. S., und I. Floding, Bestimmung von Adrenalin 303. — Bestimmung von Catechinaminen 463
v. Euler, U. S., und U. Hamberg, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 393
Everett, G. W., siehe Reilley, Ch. N.
Evstafjeva, O. N., siehe Babaeva, A. V.

Fair, F. V., und R. J. Friedrich, Bestimmung niedrig siedender Phenole 445
Faivre, R., siehe Marion, F.
Fajnberg, S. Ju., A. A. Bljachman und L. N. Filatova, Schnellbestimmung von Kupfer, Blei und Zink in Erzen und ihren Anreicherungsprodukten 67
Fajnberg, S. Ju., und L. N. Filatova, Komplexometrische Bestimmung von Kupfer in Erzen und Anreicherungsprodukten 385
Fanale, D. T., R. B. Fricioni, D. W. Hutton, R. E. Snyder und R. O. Clark, Potentiometrische Untersuchung von Carbonsäuren in Petroleumprodukten 72
Farkas, S., Colorimetrische Bestimmung von Chlordimethylaminopropylphenthiazin 395
Farmilo, Ch. G., siehe Nadeau, G.
Farr, A., siehe Lowry, O. H.
Fedoseev, P. N., und M. Ja. Sobko, Bestimmung der Halogene in organischen Substanzen 124. — Siehe auch Terentjev, A. P.
Feeser, H., Bestimmung von Stärke in Papier 75
Fehér, M., siehe Schulek, E.
Feigl, F., und E. Jungreis, Nachweis von Anilin und Monoalkylanilin als Verunreinigungen in N,N'-Dialkylanilinen 213
Feldman, R. W., siehe Burkser, E.
Fellenberg, Th. von, Bestimmung von Lipoiden 371
Fels, I. G., Bestimmung von Hydroxyprolin in der Leber 233
Fesenko, N. G., Komplexometrische Titration von 2- und 3-wertigem Eisen nebeneinander in Erzen und Agglomeraten 69
Filatova, L. N., siehe Fajnberg, S. Ju.
Filimonov, L. N., A. I. Essen und Z. A. Zacharova, Bestimmung von verschiedenen Legierungsbestandteilen in Titan 381
Filler, R., Nachweis von Bromid und Jodid 202
Fischer, F. G., und H. Bohn, Bestimmung von Spermin, Spermidin und anderen biogenen Aminen nach papierelektrophoretischer Abtrennung aus tierischen Organen 151
Fischer, F. O., Verbrennungsapparatur für organische Substanzen 121
Fiset, L., siehe Nadeau, G.
Fiske, C. H., und Y. Subbarow, Bestimmung von Phosphatidphosphor 236
Flaschka, H., Komplexometrische Titrationen 69. — Siehe auch Anderegg, G.
Flaschka, H., A. A. Abd El Raheem und F. Sadek, Bestimmung von Calcium in Serum 142
Flaschka, H., und H. Jakobljewich, Bestimmung von Kupfer 280
Flaschka, H., und F. Sadek, Bestimmung von Tetraphenyloboration und seinen Salzen 283
Flesch, P., und E. Kun, Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in Geweben 220
Flodin, P., und D. W. Kupke, Bestimmung von Blutplasmaesterasen 318
Floding, I., siehe v. Euler, U. S.
Floret, A., siehe Martin, F.
Folch, J., L. Ascoli, M. Lees und N. LeBaron, Extraktion von Cholesterin und Phosphatiden 236
Foreman, J. K., siehe Cook, G. P.
Fowkes, W. W., siehe Beckering, W.
Franc, J., Chromatographische Trennung einiger Mono- und Tricarbonsäuren der Benzolreihe 134
Franc, J., und J. Latinák, Berechnung von R_f-Werten 214
Frankel, S., siehe Reitman, S.
Frazier, R. G., siehe Gerlach, J. L.
Frea, E., siehe Tappi, G.
Freeland, M. Q., siehe Fritz, J. S.
Fresenius, R., Bestimmung von Kohlenstoff in Eisensorten 64.
Fricioni, R. B., siehe Fanale, D. T.

Friedel, R. A., siehe Langer, S. H.
Friedländer, P., und P. Lucht, Darstellung von 6-Nitro-2-hydroxynaphthalin-8-sulfonsäure 286
Friedmann, T. E., und G. E. Haugen, Bestimmung von Brenztraubensäure 152
Friedrich, A., und H. Sternberg, Mikrobestimmung von Acetylgruppen 126
Friedrich, R. J., siehe Fair, F. V.
Frierson, W. J., D. A. Rearick und J. H. Yoe, Papierchromatographische Trennung von Co, Ni, Cu und Zn 57
Frišman, T. A., siehe Ginzburg, V. I.
Fritz, J. S., und M. Q. Freeland, Bestimmung von Schwefelspuren in organischen Lösungsmitteln 212
Fritz, J. S., M. J. Richard und S. K. Karraker, Potentiometrische Titrationen mit ÄDTA 199
Fritz, J. S., und S. Yamamura, Bestimmung von Schwefelspuren in organischen Lösungsmitteln 212
Frodyma, M. M., siehe Zeitlin, H.
Froesch, E. R., J. B. Reardon und A. E. Renold, Bestimmung von Inulin in Blut und Urin 463
Frontali, N., siehe Cavallini, D.
Fukuda, M., Mikrobestimmung von Methoxyl- und Äthoxylgruppen 126

Gaddis, A. M., siehe Ellis, R.
Galanti, M., Einfluß von anorganischen Salzen auf die papierchromatographische Trennung von Zucker 363
Galloway, L. S., P. W. Nielson, E. B. Wilcox und E. M. Lantz, Bestimmung von Cholesterin 155
Garbade, K. H., siehe Beissenherz, G.
Garkina, I. N., siehe Bukin, W. N.
Garnett, J. L., siehe Anderson, J. R. A.
Gasparič, J., und M. Večeřa, Identifizierung von organischen Sulfiden 292. — Siehe auch Borecký, J.
Gellis, S. S., siehe Hsia, D. Y.-Y.
Gerber, A. B., und F. T. Miles, Bestimmung von Phosphaten 432
Gerlach, J. L., und R. G. Frazier, Bestimmung von Chloriden in Schweiß und Serum durch Bildung des Farbkomplexes mit s-Diphenylcarbazon und Quecksilber(II)-nitrat 220
Getrost, H., siehe Kohlschütter, H. W.
Ghimpu, R., siehe Miss, A.
Gibalo, I. M., siehe Alimarin, I. P.
Gibor, A., siehe Kirk, P. L.
Gibson, N. A., siehe West, Ph. W.
Gifford, G. E., siehe Ross, J. D.
Gilbert, G. A., siehe Bottle, R. T.
Ginsberg, N., Bestimmung von Blei mit Diäthyldithiocarbaminat 401
Ginzburg, V. I., und T. A. Frišman, Bestimmung von Phenol in Isopropylbenzol 447
Giri, K. V., Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 227
Giri, K. V., A. N. Radhakrishnan und C. S. Vaidyanathan, Bestimmung von Aminosäuren 227
Glantz, M. D., siehe Zipper, H.
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Gloss, G. H., und B. Olson, Reinigung von Natriumtetraphenyloborat 359
Glotova, A. N., siehe Losev, N. F.
Godin, S., Papierchromatographische Auftrennung von Flavaspidinsäure, Filicinsäure, Albaspidin und Filicininsäure 443
Goldberg, C. A. J., Ferrohämoglobin-Löslichkeitstest und seine Genauigkeit 309
Goldenberg, V., und P. E. Spoerri, Bestimmung von Carbonsäurederivaten als Hydroxamsäuren 360
Goljand, S. M., und N. V. Adoneva, Bestimmung des Cyangehaltes von Kokereigasen 378
Gonzáles-Carreró, J., und O. Carballido-Ramallo, Bestimmung der aktiven und inaktiven Kieselsäure 54
Goodban, A. E., und J. B. Stark, Bestimmung von Äpfelsäure 361
Goodwin, J. F., R. Thibert, D. McCann und A. J. Boyle, Bestimmung von Phospholipoiden und des Gesamtphosphors im Serum mit Chlorsäure 222
Gordon, R. J., R. J. Moore und C. E. Muller, Bestimmung von aromatischen Verbindungen in Gasölfraktionen 73
Gorin, G., siehe Waddil, H. G.
Gornall, A. G., C. J. Bardawill und M. M. David, Trübungsmessung zur Bestimmung von Proteinen 461
Gorovic, N. N., siehe Zelikman, A. N.
Gorsuch, T. T., und A. M. Posner, Bestimmung von Calcium mit Murexid 143
Gotô, H., T. Watanabe und K. Suzuki, Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 383

Gottschalk, G., Acetat- und Ammonium-Puffersysteme 342 [Or]
Graab, J. W., siehe Otterson, D. A.
Grab, siehe Bischoff
Grabar, P., siehe Williams, C. A.
Gras, W. D., Bestimmung von Kohlenstoff nach Krapp und Tytko 65
Grassmann, W., und K. Hannig, Papierelektrophoretische Technik 237
Grecu, I., V. Handelsmann und J. Bucerzan, Gewichtsanalytische Bestimmung von Kupfer 279
Greenwood, F. C., siehe Bulbrook, R. D.
Griffin, H. F., siehe Stegemann, H.
Grodzinski, J., Bestimmung von Äthylcentralit und Diphenylamin in Treibmitteln 449
Grosman, I. M., und Mitarb., Extraktion von Fettsäuren aus Blutplasma 457
Gross, D., Bestimmung von Aminosäuren 229
Grossmann, A., und G. Grossmann, Bestimmung von Jod in Milch 206
Grossmann, G., siehe Grossmann, A.
Grüne, A., Physikalische, chemische und strukturelle Eigenschaften von Filterpapieren für Chromatographie und Elektrophorese 41
Guerne, R., siehe Monnier, D.
Gumina, I. I., siehe Čulkova, Z. S.
Gurvič, A. E., und R. B. Kapner, Bestimmung des Gehaltes an Antikörpern durch Ausfällung auf Papier 158
Gusev, S. I., und Z. A. Bitovt, Nephelometrische Bestimmung von Zink mit Diantipyrylmethylmethan 50
Gustin, T. A., siehe Chittum, J. W.
Guthrie, J. D., siehe Pons, W. A.
Guy, M. J., siehe Clinch, J.
Gyenes, I., A. Mizsei und L. Szabó, Bestimmung von Noradrenalonhydrochlorid 393

Haavaldsen, L., siehe Jonsen, J.
Hablitzel, Ch. P., siehe Loveland, J. W.
Hadorn, H., und R. Jungkunz, Bestimmung von Cholesterin 371
Hädicke, M., Bestimmung von Piperazinhydrat in pharmazeutischen Präparaten 397
Haenel, H., Überblick über die mikrobiologische Analytik der Vitamine 207
Hagino, Y., siehe Hashizume, G.
Hahn, F. L., Wägebüretten 104 [Or]. — Der Fehler des Umschlagstropfens in der Maßanalyse 321 [Or]
Hahn, R. B., siehe Keyworth, D. A.
Haight jr., G. B., Mikrobestimmung von Arsen 319
Halder, G. E., siehe Pschyrembel, W.
van Hall, C. E., und K. G. Stone, Tertiäres Butylhypochlorit als Oxydationsmittel in wasserfreiem Medium 204
Hall, M. A., siehe Newburger, S. H.
Hallmann, N., siehe Puranen, J.
Hamberg, U., siehe v. Euler, U. S.
Hamilton, P. B., Trennung von Aminosäuren an Polystyrolharzen 225. — Bedeutung der Austauscherteilchengröße bei der Herstellung von Säulen für die Chromatographie von Aminosäuren 223
Hamilton, R. H., Trennung von Disacchariden 296
Hamlow, E. E., siehe Bartelt, W. F.
Hampel, G., Mikroskopischer Nachweis von Tapiokawurzelmehl 216
Handelsmann, V., siehe Grecu, I.
Hannig, K., siehe Grassmann, W.
Hanson, K. R., und D. R. Whitaker, Bestimmung von 5-substituierten 3-Phenyl-2-thiohydantoinen 153
Hanušová, J., und Čuta, J., Bestimmung von Schwefel in Wässern und Sedimenten 378
Hara, T., Abscheidung von radioaktivem Caesium aus sehr verdünnten Lösungen 278
Harding, W. M., siehe Willms, Ch. R.
Harpur, R. P., Analyse organischer Säuren mittels Verteilungschromatographie an Silicagel 38
Hartel, J., siehe Ritter, F. J.
Hartmann, L., siehe Smullin, Ch. F.
Hashizume, G., Y. Hagino und M. Kobayashi, Untersuchung von kondensierten Phosphaten 55
Hashmi, M. H., und C. F. Cullis, Bestimmung von halogenierten Essig- und Propionsäuren 361
Haugen, G. E., siehe Friedmann, T. E.
Hauser, T., siehe Sawicki, E.
Havíř, J., Bestimmung von Kalium, Rubidium und Caesium auf Grund der Fällung als Tetraphenyloborat 278
Hayakawa, H., Elektrolytische Bestimmung von Kupfer neben Antimon und Arsen 48
ter Heide, R., Papierchromatographische Trennung von Antioxydantien, Gallaten und butylierten Phenolen 215
Heilmann, J., J. Barrollier und E. Watzke, Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 225

Heim, H. C., siehe Cox, B. C.
Hejtmánek, M., und J. Hejtmánková, Quantitative Auswertung von Papierchromatogrammen aus Impedanzänderungen 197
Hejtmánková, J., siehe Hejtmánek, M.
Heller, K., und U. Wagner, Quantitative Ultrarotspektralanalyse fester organischer Verbindungen 90 [Or]
Hellmann, M., R. L. Alexander jr. und Ch. F. Coyle, Trennung isomerer Polyphenyle 296
Henry, R. J., siehe Sobel, Ch.
Hernández Arzaba, P., siehe del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M.
Hessling, H., siehe Radmacher, W.
Hestrin, S., Reaktion zur Bestimmung von Acetylcholin 390
Hewitt, B. R., Spektrophotometrische Bestimmung von Eiweiß in Algenprotein 235
Heyes, J. K., und G. W. Shaw, Bestimmung von Desoxyribonucleinsäure in Wurzelspitzen vor und nach Kälteeinwirkung 316
Hine, C. H., siehe Kozelka, F. L.
Hjelt, E., und A.-L. Mukula, Bestimmung von Parathion und p-Nitrophenol 77
Hloch, R., siehe Capek, K.
Hoban, N., und J. W., White jr., Trennung von Disacchariden 296
Hobbs, M. E., siehe Quin, L. D.
Hoeke, F., siehe Gnrust, H.
Hoffman, F. B., L. C. Jones jr., O. E. Robbins jr. und F. R. Alsberg, Bestimmung von Phosphor in Treibstoffen, die Tritolylphosphat enthalten 450
Hohlweg, W., siehe Rässler, B.
Holt, B. D., Bestimmung von Kohlenstoff in Eisenlegierungen 383
Holthaus, J. M., siehe Humoller, F. L.
Holzmann, R. T., siehe Sun, S. C.
Honaker, C. B., siehe Schweitzer, G. K.
Hori, T., siehe Yamaguchi, Sh.
Houck, J. C., Mikrobestimmung von Ribonuclease 317
Hoverath, A., siehe Radmacher, W.
Howorka, K., Bestimmung von Phenothiazinderivaten 394
Hsia, D. Y.-Y., H.-H Hsia und S. S. Gellis, Bestimmung von Bilirubin in Capillarblut von Neugeborenen 310
Hsia, H.-H., siehe Hsia, D. Y.-Y.
Huber, C. O., siehe Shain, I.
Humoller, F. L., J. M. Holthaus und J. R. Walsh, Bestimmung der Glutaminsäure-Oxalessigsäure-Transaminaseaktivität 160
Humphrey, G. L., siehe Karr jr., C.
Humphrey, M. J., siehe Barker, S. B.
Huré, J., siehe Cornet, C.
Husted, H. G., Nachweis von Kupfer und Cadmium 201
Hutton, D. W., siehe Fanale, D. T.

Ievinš, A. F., siehe Kuznecov, V. I.
Iguchi, A., Bestimmung von Sulfat, Sulfit, Thiosulfat und Sulfid 434. — Trennung der Polythionate durch Anionenaustauscher 435
Ikeda, G., siehe Zeitlin, H.
Imaeda, K., Verbrennungsrohr zur direkten Mikrobestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 123
Indinger, J., siehe Souci, S. W.
Inglis, A. S., Mikrobestimmung von Acetylgruppen 126
Ingram, W. J., Bestimmung von Stickstoff in wasserfreiem Ammoniak 388
Ioffe, I. I., siehe Malyšev, A. I.
Irreverre, F., und M. X. Sullivan, Farbreaktion auf Vitamin K_1 139
Isenberg, N., E. M. Perlman, R. L. Puryear und S. A. Sparks, Fällung von Quecksilber(II) mit Thioacetamid 201
Ishibashi, M., und M. Tabushi, Bestimmung von Phosphorsäure über die Fällung als Zinkammoniumphosphat 432
Ivancova, M. K., siehe Podčajnova, V. N.
Ivanjutin, M. I., siehe Busev, A. I.
Ivašova, N. P., siehe Terentjev, A. P.

Jackwerth, E., und H. Specker, Maßanalytische Bestimmung von zweiwertigem Quecksilber in Gegenwart von Chlorid, Bromid und Schwermetallen 269. [Or]. — Siehe auch Specker, H.
Jakimova, P. P., siehe Kaliteevskij, N. I.
Jakobljewich, H., siehe Flaschka, H.
Jakovlev, P. Ja., siehe Charlamov, I. P.
Jančik, F., und J. Körbl, Extraktionsmethode zur Bestimmung von Kupfer 47
Jankovskaja, L. V., siehe Jankovskij, V. R.
Jankovskij, V. R., und L. V. Jankovskaja, Acidimetrische Bestimmung von Borsäure 282

Járai, I., siehe Donhoffer, Sz.
Jaselskis, B., Polarographische Untersuchung von Histidinkomplexen mit Kobalt(II) und Kobalt(III) 437
Jeanes, A., C. S. Wise und R. J. Dimler, Trennung von Aminosäuren 225
Jencks, W. P., E. L. Durrum und M. R. Jetton, Papierelektrophoretische Technik 461
Jeremenko, O. M., siehe Babko, A. K.
Jetton, M. R., siehe Jencks, W. P.
Jirousek, L., Trennung von Trithionen 130. — Nachweis schwefelhaltiger organischer Verbindungen auf Papierchromatogrammen 291
Johns, R. H., siehe Reilley, Ch. N.
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F. E.
Johnson, J. L., siehe Meister, P. D.
Johnson jr., R. B., Bestimmung von Catechinaminen in Urin 463
Jones, J. H., C. D. Ritchie und S. H. Newburger, Bestimmung von Lacklösungsmitteln in Nagellacken 453. — Siehe auch Newburger, S. H.
Jones jr., L. C., siehe Hoffman, F. F.
Jones, N. R., Bestimmung von freien Zuckern in der Skelettmuskulatur von verschiedenen Fischen 238
Jonsen, J., L. Haavaldsen und S. Laland, Nachweis von Pyrimidindesoxyribosiden und Desoxyribotiden auf Papierchromatogrammen 312
Jud, L., siehe Rosenthal, H. L.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jungreis, E., siehe Feigl, F.
Junie, W., siehe Popper, E.
Juránek, J., Colorimetrisch-chromatographische Ultramikroanalyse von gasförmigen Kohlenwasserstoffen 446
Jureček, M., und P. Kozák, Charakterisierung der in der Fett- und Seifenindustrie verwendeten Carbonsäuren durch Oxydation mit Chromsäure 32 [Or]

Kahane, E., und R. Coupechoux, Bestimmung von Betain 295
Kainz, G., Moderne Methoden der Gasanalyse 206
Kajstra, L. G., siehe Kričmar, S. I.
Kalinčenko, L. P., N. P. Strachov und I. I. Kaliničenko, Farbreaktion für den Nachweis und die Bestimmung von Beryllium 49
Kaliničenko, I. I., siehe Kalinčenko, L. P.
Kaliteevskij, N. I., A. A., Lipovskij A. N. Razumovskij und P. P. Jakimova, Spektrographische Bestimmung von Cd, Ge, In, Ga, Au, Sb und Pb in Uranoxyd 68. — Siehe auch Zajdel', A. N.
Kálmán, L., und A. Vágó, Bestimmung des Siliciumgehaltes von Tetraäthoxysilan 293
Kambara, T., Isolierung von trägerfreiem Ruthenium 437
Kaneko, H., Identifizierung der Rauwolfia-Alkaloide 399
Kao, Sheau-Shya und Wen-Teh Chuang, Simultantitrationen von Zink und Cadmium mit Hexacyanoferrat(II)-lösung 282
Kapfhammer, siehe Bischoff
Kaplan, I. R., siehe Angapindu, A.
Kapner, R. B., siehe Gurvič, A. E.
Kaporskij, L. N., siehe Švarc, D. M.
Karr jr., C., und P. M. Brown, Bestimmung niedrig siedender Phenole 445
Karr jr., C., P. M. Brown, P. A. Estep und G. L. Humphrey, Nachweis und quantitative Bestimmung niedrig siedender Phenole in Tieftemperatur-Steinkohlenteerdestillaten 445
Karraker, S. K., siehe Fritz, J. S.
Kaufmann, H. P., und W. H. Nitsch, Trennung von Fettsäureamiden 222, 294
Kaufmann, H. P., und K.-J. Skiba, Papierchromatographie von Fettsäureamiden 294
Kawerau, E., und Th. Wieland, Papierchromatographische Technik 151. — Siehe auch Wieland, Th.
Keil, B., Papierelektrophoretische Technik 229
Kemp, A., und A. J. M. Kits van Heijningen, Bestimmung von Glykogen in der Leber 154
Kemp, E. F., siehe Cook, G. P.
Kendall, F. E., siehe Abell, L. A.
Kennedy, T. H., Hydrolyse jodhaltiger Eiweißstoffe 462
Kenny, A. D., und V. H. Cohn, Komplexometrische Titration von Calcium in Gegenwart von Magnesium 281
Ketelle, B. H., und G. E. Boyd, Bestimmung von Seltenen Erden 284
Keup, W., Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Urin 223
Keyworth, D. A., und R. B., Hahn, Natriumhydrogendiglykolat als alkalimetrische Urtitersubstanz 204
Kibrick, A. C., Colorimetrische Eiweiß-

bestimmung in Cerebrospinalflüssigkeit und Urin 235
Kimura, K., Y. Satomi und S. Kuwano, Colorimetrische Bestimmung von D-Catechin 135
King, R. W., siehe Kurtz jr., S. S.
King, W. H., und F. H. Thurber, Herstellung von Gossypol 451
Kingsley, G. R., Bestimmung von Eiweiß 235
Kinoshita, Y., Bestimmung von Antimon in organischen Antimonverbindungen 288
Kirk, P. L., A. Gibor und K. P. Parker, Bestimmung von Blutalkohol 454
Kirsten, W., Mikromethoden der Elementaranalyse 288
Kirsten, W., und S. Ehrlich-Rogozinsky, Bestimmung von Alkoxylgruppen 292
Kiss, A., siehe Almássy, Gy.
Kiss, A. S., siehe Enyedi, B.
Kissane, J. M., und E. Robins, Bestimmung der Desoxyribonucleinsäure in tierischen Geweben 316
Kitagawa, H., und N. Shibata, Spektralphotometrische Bestimmung von Nickel 58
Kits van Heijningen, A. J. M., siehe Kemp, A.
van Klaveren, F. W., siehe Chartier, J.
Kliman, B., siehe Peterson, R. E.
Klinkenberg, A., siehe van Deemter, J. J.
Kljačko, I. R., und A. D. Vinogradova, Bestimmung von Zink in Nickelelektrolyten 438
Kljačko, Ju. A., L. L. Kunin, E. M. Čistjakova und N. S. Laričev, Bestimmung von Gasen im Stahl 64
Knauff, H. G., W. Mialkowsky und H. Zickgraf, Bestimmung von freien Aminosäuren im Liquor Cerebrospinalis und seine Bedeutung für die Klinik 223
Kobayashi, M., siehe Hashizume, G.
Kobrle, V., und R. Zahradník, Identifizierung von Alkoholen 291
Koch, W., S. Eckhard und H. Malissa, Bestimmung von Schwefel und gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel in Eisenlegierungen 383
Köiv, E., Papierelektrophoretische Technik 237
Koenig, D. F., siehe Pogell, B. M.
König, K., siehe Pohloudek-Fabini, R.
Körbl, J., E. Kraus und R. Přibil, Glycinthymolblau als Indicator 47
Körbl, J., und R. Přibil, Methylthymolblau als Indicator 48
Körbl, J., R. Přibil und A. Emr, Xylenolorange als Indicator 48. — Siehe auch Jančík, F.
Koether, B., Bestimmung von Diphenyl in Citrusfrüchten 374
Kogan, I. B., Bestimmung von Benzanthron in der Luft 377
Kohlschütter, H. W., und H. Getrost, Trennung von Kationen an der Silicagel-Säule 264 [Or]
Kokeš, D., siehe Mück, E.
Kolor, M. G., siehe Roberts, H. R.
Kolšek, J., Papierchromatographie einiger saurer Wollfarbstoffe 215
Kolšek, J., und M. Perpar, Über die Farbreaktionen einiger mehrwertiger Phenole mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 161 [Or]
Kolthoff, I. M., Mikrobestimmung von Acetylgruppen 126
Kondritzer, A. A., siehe Rippie, E. G.
Koniecki, W. B., und A. L. Linch, Bestimmung von aromatischen Nitroverbindungen in Urin 155
Kôno, T., Automatische Bestimmung von C, H, N, O, S und Halogenen in organischen Verbindungen 121
Kooi, J., Bestimmung von Strontiumisotopen in Wasser 62
Kopp, R., siehe Preuss, F. R.
Koransky, W., Trennung und Bestimmung der Nucleotide des Gehirns 313
Korenman, I. M., und G. A. Šatalina, Mitfällung von Caesium mit wenig löslichen Dipikrylaminaten 278
Kornjenko, T. G., siehe Burkser, E. S.
Korotaeva, G. F., siehe Sokolov, A. V.
Korš, M. P., Eichung einer Standardskala für die colorimetrische Acetylenbestimmung 290
Korte, F., und H. Weitkamp, Aufnahme von Absorptions- und Fluorescenzspektren durch Messungen der Reflexion der auf Papierchromatogrammen verteilten Substanzflecken 198
Koškin, N. V., Anwendung von Thiosemicarbaziden in der Analyse 205
Kotásek, Z., siehe Strachota, J.
Kovács, E., Schnelle Auflösung der Zellen zur Bestimmung von Gesamteiweiß und Nucleinsäuren in Gewebskulturen 315
Kozák, P., siehe Jureček, M.

Kozelka, F. L., und C. H. Hine, Bestimmung von Äthanol 217
Kozyreva, M. S., siehe Atrošenko, M. P.
Krapp, H., und K.-H. Tytko, Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs in grauem Roh- und Gußeisen 64
Kratzl, K., siehe v. Wacek, A.
Kraus, E., siehe Körbl, J.
Krejzová, E., V. Simon und J. Zýka, Hydrochinon als reduktometrisches Reagens 43
Kričmar, S. I. und L. G. Kajstra, Radiometrische Bestimmung von Kalium in mineralischen Düngemitteln 389
Krijn, G. C., Bestimmung von Kupfer, Zink und Nickel 280
Krivucová, M., siehe Bardoděj, Z.
Krogh Andersen, I. G., siehe Veipel, S.
Kropp, K. und K. Lang, Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure 223
Krull, L., siehe Becker, E.
Kubis, J., und N. Lišková, Bestimmung von Trichloräthanol und Trichloressigsäure 360
Kukin, I., Untersuchung von Petroleumprodukten 71. — Bestimmung von Carbonsäuren und schwach basischen Stickstoffverbindungen in Petroleumprodukten 71
Kum-Tatt, L., Trennung stickstoffhaltiger organischer Basen 397
Kun, E., siehe Flesch, P.
Kunin, L. L., siehe Kljačko, Ju. A.
Kupke, D. W., siehe Flodin, P.
Kurtz jr., S. S., R. W. King, W. J. Stout und M. E. Peterkin, Berechnung viscoser Petroleumfraktionen aus verschiedenen Kohlenstoffgerüsten 216
Kutáček, M., siehe Šerák, J.
Kuwano, S., siehe Kimura, K.
Kuznecov, V. I., und A. A. Akimova, Bestimmung von Uran in Wasser 63
Kuznecov, V. I., Ju. A. Bankovskij und A. F. Ievinš, Analytische Anwendungen von 8-Mercaptochinolin 45
Kuznecov, V. I., und I. V. Serjakova, Trennung von Elementen durch Extraktion mit leichtschmelzenden organischen Stoffen 203

Laddha, G. S., siehe Rao, B. K. Sadananda
Laland, S., siehe Jonsen, J.
Lang, K., siehe Kropp, K.
Lange, J., Verwendung von Urotropin in der quantitativen Analyse 44
Langer, S. H., R. A. Friedel, I. Wender und A. G. Sharkey jr., Massenspektrometrische Bestimmung von Alkoholen in Produkten der Fischer-Tropsch-Synthese 447
Langer, S. H., C. Zahn und G. Pantazoplos, Trennung der isomeren Xylole mit Hilfe von Tetrahalogenophthalaten als stationäre Phase 363
Langmaier, F., siehe Mück, E.
Lantz, E. M., siehe Galloway, L. S.
Ličev, N. S., siehe Kljačko, Ju. A.
Lassner, E., und R. Scharf, Zur komplexometrischen Titration von Molybdän 114 [Or]
Latinák, J., siehe Franc, J.
Lawrie, H., Turbidimetrische Bestimmung des Blutharnstoffs 150
Lea, C. H., siehe Swoboda, P. A. T.
LeBaron, N., siehe Folch, J.
Lecomte, O., siehe Blass, J.
Lederer, M., Chromatographie auf mit Ionenaustauschern imprägniertem Papier 41. — Papierchromatographisches Verhalten von Protactinium(V) 53. — Siehe auch Reid, R. L.
Lee, D. A., Mikrobestimmung von Deuterium in Wasserstoffverbindungen 46
Lee, L. A., siehe Resnik, F. E.
Lees, M., siehe Folch, J.
Léger, J., siehe Étienne, A.
Lehrman, L., Trennung des Bleis von Bi, Cu und Cd in der qualitativen Analyse 201
Leininger, E., siehe Thommes, G. A.
Lesnini, D. G., siehe Smith, R. N.
Levit, R. M., und Ja. Z. Sorokin, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in Spindel-, Vaselin- und Industrieöl 72
Levy, B. B., siehe Abell, L. A.
Lewis, K. H., siehe McFarren, E. F.
Lewis, L. A., siehe Scanu, A.
Lewis, W. H. P., siehe Stern, J.
Lhoest, W., C. A. Baumann und L. W. Busse, Untersuchung der Einwirkung von schwefliger Säure auf die Spaltprodukte von Thiamin 138
Lieb, H., siehe Schöniger, W.
Lieberman, S., B. Mond und E. Smyles, Verteilung der 17-Ketosteroide 306
Linch, A. L., siehe Koniecki, W. B.
Linde, H.W., und L. B. Rogers, Bestimmung von Wasserdampf in Stickstoff 61
Ling, E. R., Komplexometrische Calciumbestimmung in Milch und Molke 370

Ling, N.-S., siehe Bock, R. M.
Linn, R. A., siehe Williams, L. A.
Linskens, H. F., Nachweis von Esterase 317
Lipis, L. V., siehe Zajdel', A. N.
Lipkin, R., siehe Avi-Dor, Y.
Lipovskij, A. A., siehe Kaliteevskij, N. I.
Lišková, N., siehe Kubis, J.
Liteanu, C., und E. Moţiu, Bestimmung der Borsäure mit Hilfe von Calciumgluconat 283
Liteanu, C., M. Vancea und M. Voluşniuc, Bestimmung des assimilierbaren Phosphors in Superphosphat 439. — Siehe auch Vancea, M.
Lock, L. C., siehe Anderson, J. R. A.
Loewus, F. A., Bestimmung proteingebundener Hexosen 237
Logan, M. A., siehe Neuman, R. E.
Lohman, F. H., Bestimmung von Carbonylverbindungen in oxydierten Fetten 78
Long, A. G., J. R. Quayle und R. J. Stedman, Bestimmung von halogenierten Essig- und Propionsäuren 361. — Siehe auch Buchanan, J. G.
Lorenz, F., siehe Egger, E.
Losev, N. F., und A. N. Glotova, Röntgenfluorometrische Bestimmung von Zirkonium in Erzen 197
Loseva, K. T., siehe Sokolova, N. V.
Love, D. L., siehe Sun, S. C.
Loveland, J. W., T. B. Webster, Ch. P. Hablitzel und G. W. Reed, Bestimmung von Wasserspuren in Erdölfraktionen 445
Lowry, O. H., N. J. Rosebrough, A. L. Farr und R. J. Randall, Nachweis von Enzymen 158, 159
Loy jr., H. W., W. P. Parrish und S. S. Schiaffino, Mikrobiologische Bestimmung von Aminosäuren 230, 459. — Siehe auch Schiaffino, S. S.
Lucht, P., siehe Friedländer, P.
Luckmann, F. H., und D. Melnik, Bestimmung von Sorbinsäure 369
Lüderitz, O., siehe Nowotny, A.
Lukesch, H., und H. Pötter, Papierchromatographische Wertbestimmung von Mutterkorndrogen 302
Lukjanenko, L. P., siehe Malcev, V. F.
Lund, A. Bestimmung von Catechinaminen 463
Luthardt, K., siehe Pohloudek-Fabini, R.
Lykova, M. L., siehe Charlamov, I. P.
Lynch, D. L., Wright, L. M. und H. O. Olney, Qualitative und quantitative chromatographische Analyse von Kohlenwasserstoffen in der säurelöslichen Fraktion der organischen Substanz im Boden 70

McBay, A. J, Überblick über chromatographische Methoden in der forensischen Chemie 319
McBryde, W. A. E., siehe Berman, S. S. sowie Cluett, M. L.
McCall, J. T., G. K. Davis und T. W. Stearns, Spektrophotometrische Bestimmung von Kupfer und Zink in tierischem Gewebe 453
McCann, D., siehe Goodwin, J. F.
McClure, J. H., siehe Adams, R. N.
McCord, W. M., siehe Aull, J. C.
McCormick, G. J., siehe Seligson, D.
McFarren, E. F., E. J. Schantz, J. E. Campbell und K. H. Lewis, Colorimetrische Bestimmung des Muschelgiftes 320
McGuire, J. J., siehe Schiaffino, S. S.
McGuire, R. L., siehe Chittum, J. W.
MacIntyre, I., Flammenspektrometrische Bestimmung von Calcium in biologischen Flüssigkeiten 141
McKay, E. S., siehe McNevin, W. M.
McKinney, R. W., und C. A. Reynolds, Photometrische Titration von Phenolen 363
MacLagan, N. F., siehe Bowden, C. H.
McNevin, W. M., und E. S. McKay, Bestimmung der Platinmetalle durch Ionenaustausch 58
Mader, W. J., und R. R. Buck, Bestimmung von Prednisolon 396.
Magaldi, A., siehe Stafford, H. A.
Magee, R. J., siehe Moss, R. L.
Mager, J., siehe Avi-Dor, Y.
Mair, B. J., und M. Shamaiengar, Fraktionierung einiger aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Molekularsieben 296
Majumdar, A. K., und M. M. Chakrabartty, Papierchromatographische Trennung von Edelmetallionen 199
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Trennung von Niob und Tantal 56
Malcev, V. F., und L. P. Lukjanenko, Photocolorimetrische Kieselsäurebestimmung in den beim elektrischen Schweißen verwendeten Flußmitteln 438
Malissa, H., siehe Koch, W.
Malyšev, A. I., und I. I. Ioffe, Bestimmung von Benzochinon in Maleinsäurelösungen 135

Mandel, E., siehe Popper, H.
Mantsavinos, R., und J. E. Christian, Polarographische Bestimmung des pharmakologisch aktiven Äthylenimoniumions 390
Marion, F., und R. Faivre, Bestimmung von Kohlenstoff neben Graphit in Eisencarbiden 65
Markova, L. V., siehe Babko, A. K.
Martin, siehe Vertalier
Martin, F., und A. Floret, Bestimmung von Schwefelspuren in flüchtigen organischen Flüssigkeiten 211
Martin, R. P., Papierchromatographie und Anfärben von Steroiden aus der Cholesteringruppe 157
Martinez, F. B., siehe Bermejo Martinez, F.
Maruna, R. F. L., Natriumbestimmung im Serum bei Routine-Untersuchungen 141
Mathers, J. E., G. V. Potter und N.W. Shearer, Bestimmung von Calcium in Wolframerzen 386
Matrone, G., siehe Ellis, G. H.
Matsuda, S., siehe Yamagata, N.
Matthias, W., Trennung von Aminosäuren 227
Mayeux, S. J., siehe Bodnar, S. J.
Maynard, L. A., siehe Ellis, G. H.
Maynard jr., W. R., Infrarotspektrometrische Bestimmung der Alkaloide von Rauwolfia serpentina 399
Mehlenbacher, V. C., siehe Pohle, W. D.
Meister, P. D., C. A. Schlagel, J. E. Stafford und J. L. Johnson, Papierchromatographische Bestimmung von Prednisolon in Tabletten 395. — Bestimmung von Prednisolon 396. — Siehe auch Wagner, J. G.
Melnik, D., siehe Luckmann, F. H.
Mendoza, R. R., siehe Bermejo Martinez, F.
Mengel, K., siehe Scharrer, K.
Menke, K. H., Trennung der Cobalamine an Ionenaustauschersäulen 138
Menkyna, M., siehe Németh, Š.
Mestyán, Gy., siehe Donhoffer, Sz.
Meyer, H., siehe Popper, H.
Meyer, K. F., siehe Sommer, H.
Meyer-Arendt, E., siehe Beissenherz, G.
Meyniel, G., P. Blanquet, J. Mounier und M. Estibotte, Trennung jodierter Thyronine von Mono- und Dijodtyrosin 460
Mialkowsky, W., siehe Knauff, H. G.
Michailjan, N. K., siehe Sokolov, A. V.
Michalec, Č., Trennung der höheren Fettsäuren aus menschlichem Blutserum 147
Michalec, Č., M. Šťastný und E. Nováková, Papierchromatographische Trennung von Serum-Lipoproteiden 149
Michell jr., J., siehe Pickhardt, W. P.
Michl, H., Papierelektrophoretische Technik 228
Miettinen, J. K., Identifizierung von Phosphorsäureestern in der Hefe 314
Mika, V., siehe Novák, K.
Mikeš, O., Technik der Papierelektrophorese von Eiweißhydrolysaten und Peptiden 228
Miles, F. T., siehe Gerber, A. B.
Miletti, M., und A. P. Murroni, Chromatographisches Verhalten der Ascorbinsäure 138
Milgewskaja, W. L., siehe Burkser, E.
Miller, R., siehe Sawicki, E.
Miss, A., und R. Ghimpu, Bestimmung von Dicillin 396
Mitsui, I., Apparatur zur C-H-Bestimmung 121
Mizobuchi, K., Reaktion zwischen Phenolen und Methylenblau 364, 365
Mizsei, A., siehe Gyenes, I.
Mochov, L. A., und V. S. Chalturin, Bestimmung von Stickoxyden in der Luft mit Hilfe von Indicatorröhren 61
Mochov, L. A., und A. V. Demidov, Schnellbestimmung von Stickoxyden in der Luft 61
Möhler, K., Bestimmung des Pökelfarbstoffes in Frischfleisch 371
Mond, B., siehe Lieberman, S.
Monnier, D., und R. Guerne, Bedingungen der Nitrierung und Bestimmung von Phenylalanin 231
Moore, L. A., Trennung von Vitaminen an Calciumphosphatsäulen 373
Moore, R. J., siehe Gordon, R. J.
Moore, S., D. H. Spackman und W. H. Stein, Chromatographie von Aminosäuren an sulfoniertem Polystyrolharz 225
Moore, S., und W. H. Stein, Chromatographische Abtrennung von Aminosäuren 460. — Siehe auch Spackman, D. H.
Moriconi, E. J., siehe O'Connor, W. F.

Moriya, F., siehe Yanagisawa, S.
Morgan, W. T. J., siehe Elson, L. A.
Morris, J. B., siehe Adams, R. N.
Morton, R. K., Bestimmung von Phosphatestern, Succinat und Lactat in Gewebe und Gewebsextrakten 457
Moss, R. L., J. McC. Pollock und R. J. Magee, Titration von Quecksilber-(II)-chlorid mit Kaliumcyanidlösung 52
Moţiu, E., siehe Liteanu, C.
Mottier, M., und M. Potterat, Bestimmung von Farbstoffen in Lebensmitteln 366
Mounier, J., siehe Meyniel, G.
Mráz, L., V. Simon und J. Zýka, Hydrochinon als reduktometrisches Reagens in der Maßanalyse 43
Můck, E., D. Kokeš und F. Langmaier, Nachweis von o- und p-Phenolsulfonsäure 219
Mühlberger, F. H., siehe Thaler, H.
Mukala, A.-L., siehe Hjelt, E.
Mukerjee, H. G., Electro-Chromatography in the Study of Ions. Part III 182 [Or]
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherji, A. K., und A. K. Dey, Bestimmung von Kupfer mit Natrium-Alizarin-3-sulfonat 280
Muller, C. E., siehe Gordon, R. J.
Murakami, T., Bestimmung von Stickstoff in Nitrocellulose und Nitriersäure 76
Murray, M. D., siehe Pons, W. A.
Murroni, A. P., siehe Miletti, M.
Mutchler, J. M., und H. B. Bradley, Nachweis einer Reihe von Kationen mit kristallinen Chinolinverbindungen 203
Myers, T. C., siehe Schwartz, M.
Mylius, G., Untersuchung von Zahnpflegemitteln 79

Nachlas, M. M., und R. Blackburn, Bestimmung der Lipase im Urin 318
Nadai, Y., Colorimetrische Bestimmung von Harnstoff in Arginasepräparaten 458
Nadeau, G., G. Sobolewski, L. Fiset und Ch. G. Farmilo, Trennung und Identifizierung der Opium-Hauptalkaloide 398
Nagamura, S., siehe Saito, M.
Nakamura, S., siehe Yanagisawa, S.
Narbutt, K. I., und I. D. Bespalova, Röntgenfluorescenzanalytische Bestimmung von Uran, Thorium, Blei, Tantal, Niob, Hafnium, Zirkonium, Yttrium und Strontium in Erzen und Mineralien 197
Nazarenko, V. A., und G. G. Šitareva, Bestimmung von Kobalt in metallischem Wismut 210
Nedler, V. V., Bestimmung geringer Niobgehalte in Erzen und Aufarbeitungsprodukten 386
Neeb, K.-H., siehe Dewald, W.
Neeman, M., und H. Tabor, Nomogramm zur Berechnung organischer Analysen 124
Negoiu, D., siehe Popa, G.
Neher, R., Chromatographie von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen 305
Németh, Š., und M. Menkyna, Bestimmung von Jod in Milch 206
Nervik, W. E., Bestimmung von Seltenen Erden 284
Nessonova, G. D., und E. K. Pogosjanc, Bestimmung von Alkoxylgruppen in siliciumorganischen Verbindungen 292
Nestler, C. G., und M. Nobis, Die Anwendung der photometrischen Vanadiumbestimmung mit Brenzcatechin in der Mikroanalyse 81 [Or]
Nešumova, A. M., siehe Sjavcillo, S. V.
Neu, R., Papierchromatographischer Nachweis der Chinasäure 135
Neuman, R. E., und M. A. Logan, Bestimmung von Hydroxyprolin 233
Newburger, S. H., Analyse von Nagellacken 452. — Analyse von Haarwaschmitteln 452. — Siehe auch Jones, J. H., sowie Pietrak, M. E.
Newburger, S. H., M. A. Hall und J. H. Jones, Analyse von Nagellacken 452
Nielsen, B. J., siehe Veibel, S.
Nielsen, H., Mikrobestimmung von Proteinen und Peptiden 234
Nielson, P. W., siehe Galloway, L. S.
Nijhof, J., siehe Pikaar, N. A.
Nikonova, M. P., siehe Poluektov, N. S.
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.
Nobis, M., siehe Nestler, C. G.
Nojima, S., und N. Utsugi, Bestimmung von Äthanolamin und Serin in Lipoiden 150
Novák, K., und V. Mika, Bestimmung von Tetrahydronaphthalinhydroperoxyd 125
Nováková, E., siehe Michalec, Č.
Nowotny, A., O. Lüderitz und O.

Westphal, Rundfilterpapierchromatographie langkettiger Fettsäuren bei der Analyse bakterieller Lipopolysaccharide 222
Nykänen, L., siehe Sjöström, E.

Oberhummer, M., siehe Pillat, A.
O'Connor, R. T., siehe Pons, W. A.
O'Connor, W. F., G. W. Cogswell und E. J. Moriconi, Darstellung von Thioacetamid im Laboratorium 201
Oehme, F., Dielektrische Schnellbestimmung des Restwassergehaltes anorganischer Düngesalze 271 [Or]. — Auswertung von Papierchromatogrammen 197
Oelschläger, W., Colorimetrische Bestimmung des pflanzenaufnehmbaren Bors im Boden 440
Okimasu, S., Nachweis von Alginsäure im Seetang 80
Olney, H. O., siehe Lynch, D. L.
Olson, B., siehe Gloss, G. H.
Onrust, H., Spektrophotometrische Bestimmung von Sorbinsäure in Margarine 369. — Siehe auch Cats, H.
Onrust, H., und F. Hoeke, Bestimmung von wasserlöslichen synthetischen Farbstoffen aus künstlich gefärbten Lösungsmitteln 366
Orengo, A., siehe Scardi, V.
Osman, F. A., siehe Amin, A. M.
Ostroumov, E. A., Trennung von Thorium von den Seltenen Erden mit Pyridin und Pyridinnitrat 53
Otterson, D. A., und J. W. Graab, Photometrische Molybdänbestimmung 56
Ozaki, S., Colorimetrische Bestimmung von Phenolen 132

Page, I. H., siehe Scanu, A.
Pande, C. S., und T. S. Srivastava, Analytical Aspects of some Organic Acids. Part III. Gravimetric Estimation of Thorium by m-Phenylenedioxydiacetic Acid 332 [Or]
Pankratz, R. E., siehe Bandelin, F. J.
Pantazoplos, G., siehe Langer, S. H.
Parker, G., und L. Donegan, Bestimmung von Dicillin 396
Parker, K. P., siehe Kirk, P. L.
Parmeggiani, C., siehe Cennamo, C.
Parrish, W. P., siehe Loy jr., H. W.
Partridge, S. M., Puffergemische 238
Patzek, T., Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in Geweben 220
Pawan, G. L. S., Bestimmung von Aceton und Acetylaceton in biologischen Flüssigkeiten 221
Peel, J. L., Trennung der Flavine aus Mikroorganismen 308
Perkins, M., und G. F. Reynolds, Bestimmung geringer Aluminiummengen in Berylliummetall 209, 284. — Polarographische Bestimmung geringer Mengen Aluminium 283
Perlman, E. M., siehe Isenberg, N.
Perpar, M., siehe Kolšek, J.
Peterkin, M. E., siehe Kurtz jr., S. S.
Peterson, R. E., Ch. E. Pierce und B. Kliman, Isolierung von Δ^4-Pregnen-11β, 17α, 20α, 21-tetrol-3-on aus menschlichem Harn 158
Petránek, J., und M. Večeřa, Trennung und Identifizierung von organischen Sulfiden 292
Petroccione, J. F., Nachweis von Cadmium neben Kupfer 202
Petrov, K. I., siehe Zajdel', A. N.
Petscha, P., siehe Wachs, W.
Petzold, F. A., Bestimmung der Gesamtlipoide im Serum 149
Pfankuch, E., Trennung der Glykoalkaloide des Solaninkomplexes 303
Pfleiderer, G., siehe Beissenherz, G.
Pfluke, M. L., siehe Rosenthal, H. L.
Pickering, W. F., Papierchromatographischer Transport von Kationen in rein wäßrigen Laufmitteln 41
Pickhardt, W. P., L. W. Safranski und J. Michell jr., Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in pyrophoren und hygroskopischen Verbindungen 121
Pieper, J., Auswertungsmethoden für Elektrophoresestreifen 199
Pierce, Ch. E., siehe Peterson, R. E.
Pietrak, M. E., und S. H. Newburger, Analyse von Lippenstiften 78
Pikaar, N. A., und J. Nijhof, Bestimmung von Fettsäuren im Blutserum 456
Pillat, A., F. Trichtel und M. Oberhummer, Mikrochemische Untersuchung des Jodgehaltes von Serum und Tränenflüssigkeit 146
Piller, S., siehe Wunderly, Ch.
Pilz, W., Bestimmung kleiner Mengen von Insecticiden in Luft, Stäuben und gefärbtem Material 217
van Pinxteren, J. A. C., Mikrobestimmung von Glucose in Blut und Plasma 463
Plessing, H., siehe Tschapke, H.
Pleticha, R., Bestimmung von Vitamin B_1 372

Plotnikov, V. I., Radiometrische Titration von Silber in Kupfer- und Bleilegierungen 380
Ploum, H., Einfache Bürette für Tropfenvolumina im 10^{-3} ml-Bereich 408 [Or]
Podčajnova, V. N., und M. K. Ivancova, Polarographisches Verhalten des Kupferthiosemicarbazidkomplexes 47
Poe, Ch. F., siehe Cox, B. C.
Pötter, H., siehe Lukesch, H.
Pogell, B. M., und D. F. Koenig, Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin mittels Bäckerhefe 295
Pohle, W. D., V. C. Mehlenbacher und J. H. Cook, Bestimmung von 2-p-Chlorphenyl-3-methyl-2,3-butandiol 298
Pohlit, W., und H. Schittko, Elektrophoretische Wanderung von Proteinen auf Papier 461
Pohloudek-Fabini, R., und K. König, Nachweis von Sympathicomimetica auf Papierchromatogrammen 392
Pohloudek-Fabini, R., und K. König, Eignung des Partidge-Gemisches zur papierchromatographischen Trennung der Sympathicomimetica 392
Pohloudek-Fabini, R., und K. Luthardt, Papierchromatographischer Nachweis von Estern niederer Fettsäuren in ätherischen Ölen 299
Pollock, J. McC., siehe Moss, R. L.
Polonovski, M., P. Desgrez und F. Delbarre, Photometrische Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure in Urin 223
Polonowski, J., siehe Blass, J.
Poluektov, N. S., und M. P. Nikonova, Bestimmung der Beimengungen von Alkalimetallen in Caesiumsalzen 387
Pomeranz, Y., Säure-Base-Titration in wäßriger Lösung 43
Ponosov, V. I., siehe Stepin, V. V.
Pons, W. A., M. D. Murray, R. T. O'Connor und J. D. Guthrie, Herstellung von Gossypol 452
Pontis, H. G., und N. L. Blumson, Trennung von Nucleotiden an Austauschersäulen 312
Popa, G., D. Negoiu und Gh. Baiulescu, Colorimetrische Bestimmung von Cer(IV) bei Anwesenheit von Eisen(III) und Lanthan(III) mittels Orthodianisidin 329 [Or]
Popa, L., siehe Popper, E.
Popova, N. M., Bestimmung von Carbiden in Stählen 65
Popper, E., L. Popa, W. Junie und L. Roman, Gravimetrische Analyse von Blei 286
Popper, H., E. Mandel und H. Meyer, Durchführung von Harnstoff-, Kreatinin- und Harnsäurebestimmung 150
Portnov, A. I., und A. I. Vasjutinskij, Bestimmung von Cadmium mit Natrium-p-aminobenzoat 51
Portnov, M. A., und S. M. Šejn, Potentiometrische Bestimmung von freiem Alkali in Phenollösungen und Schmelzen aromatischer Sulfosäuren 448
Posner, A. M., siehe Gorsuch, T. T.
Pospíšil, J., siehe Ettel, V.
Potter, E. F., und K. T. Williams, Getrennte Erfassung von verschiedenen Zuckerarten 442
Potter, G. V., siehe Mathers, J. E.
Potterat, M., Bestimmung von Farbstoffen in Lebensmitteln 366. — Siehe auch Mottier, M.
Potvin, P., siehe Rosenkrantz, H.
Poulson, H., siehe Prätorius, E.
Powell, W. A., siehe Resnik, F. E.
Prätorius, E., und H. Poulson, Durchführung von Harnstoff-, Kreatinin- und Harnsäurebestimmung 150
Pratt, D. A., siehe Watson, D.
Pretorius, V., siehe de Wet, W. J.
Preuss, F. R., und R. Kopp, Papierchromatographisches Verhalten von 1-Äthinyl-cyclohexyl-carbaminat und 1-Äthinyl-cyclohexyl-allophanat 298
Přibil, R., siehe Körbl, J.
Price, J. M., siehe Satoh, K.
Procházková, L., Bestimmung der Nitrate im Wasser 254 [Or]
Przybylowicz, E. P., und L. B. Rogers, Bestimmung geringer Mengen Sulfid 433
Pschyrembel, W., und G. E. Halder, Bestimmung der oestrogenen Hormone auf der Grundlage des Kober-Testes 307
Puranen, A.-L., siehe Puranen, J. sowie Visakorpi, J. K.
Puranen, J., A.-L. Puranen und N. Hallmann, Bestimmung von Aminosäuren 229
Puryear, R. L., siehe Isenberg, N.

Quayle, J. R., siehe Long, A. G.
Quentin, K.-E., siehe Souci, S. W.
Quin, L. D., und M. E. Hobbs, Be-

stimmung nichtflüchtiger Säuren im Zigarettenrauch 79
Quinlin, P., und H. J. Weiser jr., Trennung und anschließende gravimetrische Bestimmung von Monoglyceridkonzentraten 451

Rabaey, M., siehe Denucé, J. M.
Radhakrishnan, A. N., siehe Giri, K. V.
Radmacher, W., und H. Hessling, Die Spurenelemente in Steinkohlen und ihre spektralanalytische Bestimmung 172 [Or]
Radmacher, W., und A. Hoverath, Die direkte Bestimmung des Sauerstoffs organischer Substanzen 336 [Or]
Rässler, B., und W. Hohlweg, Bestimmung oestrogener Hormone 307
Rahm, E., Bestimmung von Kalium im Serum 453
Ramadan, M. E. A., siehe Selim, A. S. M.
Ramaiah, N. A., Vishnu und R. K. Chaturvedi, Bestimmung von Calcium in Zuckerprodukten mit ÄDTA 137
Randall, R. J., siehe Lowry, O. H.
Rao, B. K. Sadananda, und G. S. Laddha, Rapid Estimation of Chlorate in Presence of Perchlorate 410 [Or]
Rao, G. Gopala, und N. Appalaraju, Fluorimetric Determination of Boron with Resacetophenone as a Reagent 325 [Or]
Rao, G. Gopala, und T. P. Sastri, Phthalocyanines as Oxidation-Reduction Indicators. Part V. Titration of Iron(II), Uranium(IV) and Molybdenum(V) with Sodium Vanadate 1 [Or]
Rao, N., und T. Wadhwani, Trennung von Aminosäuren 227
Razumovskij, A. N., siehe Kalitеevskij, N. I.
Reardon, J. B., siehe Froesch, E. R.
Rearick, D. A., siehe Frierson, W. J.
Reed, G. W., siehe Loveland, J. W.
Reed III, T. M., Gas-Flüssigkeits-Verteilungschromatographie von Fluorkohlenstoffverbindungen 293
del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M., M. Aubanel Herrera, P. Hernández Arzaba, A. Trujillo Gonzáles und J. Balcázar Padilla, Bestimmung von Adrenalin im Urin 303
Reid, R. L., und M. Lederer, Chromatographische Trennung von organischen Carbonsäuren 361
Reilley, Ch. N., G. W. Everett und R. H. Johns, Chronopotentiometrische Untersuchungen 200
Reiss, R., Säure-Base-Titrationen in Acetanhydrid 16 [Or]
Reitman, S., und S. Frankel, Bestimmung der Serumtransaminase 317
Rennie, S. D., siehe Cromwell, B. T.
Renold, A. E., siehe Froesch, E. R.
Resnik, F. E., L. A. Lee und W. A. Powell, Untersuchung von Zigarettenrauch 79
Reuther, K.-H., siehe Bayer, E.
Rey Mendoza, R., siehe Bermejo Martinez, F.
Reynolds, C. A., siehe McKinney, R. W.
Reynolds, G. F., und H. I. Shalgosky, Bestimmung von Indium in Zink und Zinklegierungen mit niedrigem Aluminiumgehalt 381. — Bestimmung von Indium in aluminiumhaltigen Legierungen 381. — Siehe auch Perkins, M.
Richard, M. J., siehe Fritz, J. S.
Richter, G., Bestimmung und Nachweis einiger Enzyme des Kohlenhydratstoffwechsels bei Grünalgen 159
Rieder, H. P., Bestimmung von Gesamteiweiß in Liquor cerebrospinalis 462
Rieman III, W., siehe Sherma, J.
Riemer, G., siehe Stengel, E.
Rippie, E. G., A. A. Kondritzer und R. I. Ellin, Trennung von 1,2,3-Trimercaptopropan von Dimercaptol 389
Ritchie, C. D., siehe Jones, J. H.
Ritter, F. J., und J. Hartel, Qualitative, quantitative und präparative Papierchromatographie von Steroiden 305
Rittner, W., siehe Ziegler, M.
Riva, B., Bestimmung kleiner Kaliumgehalte in Kochsalz 66
Rjabčikov, D. I., und L. V. Borisova Trennung von Kobalt und Nickel bei der Analyse von Erzen und Legierungen 69
Robbins jr., O. E., siehe Hoffman, F. F.
Roberts, H. R., und M. G. Kolor, Bestimmung von Hydroxyprolin 233
Robins, E., siehe Kissane, J. M.
Robinson, G. A., und H. A. DeLuca, Colorimetrische Bestimmung von eiweißgebundenem Jod in Plasma 145

Rogers, L. B., siehe Linde, H. W., sowie Przybylowicz E. P.
Roman, L., siehe Popper, E.
Romanišina, E. V., siehe Bakko, A. K.
Romano, E., siehe Scardi, V.
Rooney, R. C., Photometrische Bestimmung von Kobalt in Eisen und Stahl 384
Rosenbrough, N. J., siehe Lowry, O. H.
Rosenkrantz, H., P. Potvin und P. Skogstrom, Probendispersion in Kaliumbromid zur Infrarotanalyse von Steroiden 304
Rosenthal, H. L., und L. Jud, Bestimmung von Cholesterin und Cholesterinestern im Serum von Fingerspitzenblut 156
Rosenthal, H. L., M. L. Pfluke und S. Buscaglia, Bestimmung von Cholesterin und Cholesterinestern 156
Ross, J. D., und G. E. Gifford, Eichung von Warburg-Gefäßen 140
Rothenberger, D., Mikrobestimmung von Bilirubin in Capillarblut von Neugeborenen 310
Rüdorff, W., und H. Zannier, Fällungen von Kalium als Tetraphenylborat 278
Ryland, L. B., siehe Tamele, M. W.

Sadek, F., siehe Flaschka, H.
Safford, H. W., siehe Stragand, G. L.
Safranski, L. W., siehe Pickhardt, W. P.
Safronov, A. P., Bestimmung von Mikromengen an Citronensäure 130
Saito, M., S. Nagamura und K. Ueno, Schnellbestimmung von Zink in Viscosespinnflüssigkeiten 448
Salaria, G. B. S., Trennung der Erdalkalimetalle von Schwermetallen 49. — Trennung von Wismut, Blei und Cadmium von Quecksilber sowie von Wismut und Quecksilber von Indium 55. — Siehe auch Taimni, I. K.
Sallmann, R., siehe Anderegg, G.
Sandell, E. B., Bestimmung von Kupfer 137
Sándi, E., Beiträge zur Analyse einiger insecticider Thiophosphorsäureester 241 [Or]
Sant, B. R., Maßanalytische Bestimmung von Ascorbinsäure 207
Sant, U. A., und H. S. Das, Bestimmung von Tributylphosphat in organischen Lösungsmitteln 212
Sarson, R. D., Analyse von Sprengstoffgemischen 214
Sastri, T. P., siehe Rao, G. Gopala
Šatalina, G. A., siehe Korenman, I. M.
Satoh, K., und J. M. Price, Bestimmung von Kynurensäure und Xanthurensäure in menschlichem Urin 311
Satomi, Y., siehe Kimura, K.
Sawicki, E., R. Miller, T. Stanley und T. Hauser, Nachweis mehrkerniger Kohlenwasserstoffe und Phenole 132
Sawicki, E., T. Stanley und T. Hauser, Bestimmung von Aldehyden in Stadtluft 376
Sbrzesny, H., siehe Ziegler, M.
Scanu, A., L. A. Lewis und I. H. Page, Abscheidung von β-Lipoprotein aus normalen und hyperlipämischen menschlichen Seren 235
Scardi, V., und V. Bonavita, Nigrosin als Färbemittel für Proteine bei der Papierelektrophorese 154. — Spektrophotometrische Bestimmung von Pyridoxal-5-phosphat 207
Scardi, V., A. Orengo und E. Romano, Untersuchung von Proteinen mit geeigneten Färbemitteln 154. — Siehe auch Bonavita, V.
Schantz, E. J., siehe McFarren, E. F.
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scharrer, K., und K. Mengel, Flammenphotometrische Calciumbestimmung in Pflanzen 441
Schiaffino, S. S., J. J. McGuire und H. W. Loy, Nephelometrische Messungen bei mikrobiologischen Bestimmungen von Aminosäuren 230, 459. — Siehe auch Loy jr., H. W.
Schild, W., siehe Staib, W.
Schilling, K., und H. Dam, Empfindliche und stabile Farbreaktion von Vitamin K_1 139.— Bestimmung von Vitamin K_1 in pflanzlichem Material 373
Schittko, H., siehe Pohlit, W.
Schlagel, C. A., siehe Meister, P. D., sowie Wagner J. G.
Schmauch, G. E., und E. J. Serfass, Perchlorylfluorid und Wasserstoff als Brennergas in der Flammenphotometrie 38
Schmidt, H., siehe Dewald, W.
Schmitt, F. L., siehe van Duuren, B. L.
Schöniger, W., H. Lieb und M. G. El Din Ibrahim, Mikrobestimmung von Acetylgruppen 127
Schollenberger, Ch. J., und C. W.

Whittaker, Carbonatbestimmung im Boden 69
Schramm, G., und J. H. Benedict, Bestimmung von Spuren freien Gossypols in Fetten, Ölen und Fettsäuren 451
Schrappe, O., Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure 223
Schulek, E., Bestimmung von Rhodanid 378
Schuler, E., K. Burger und M. Fehér, Kann die säurehaltige Vorlage in der Kjeldahl-Destillation durch eine mit ausgekochtem Wasser beschickte ersetzt werden? 28 [Or]. — Verfahren zur Bestimmung von Ammoniak, von Cyaniden, Nitriten und Nitraten nebeneinander 423 [Or]
Schumacher, H., siehe Büchi, J.
Schwartz, M., und T. C. Myers, Mikrotitrimetrische Bestimmung von Enzymen durch Konstanthalten der p_H-Werte 238
Schweigert, B. S., siehe Witting, L.A.
Schweitzer, G. K., und C. B. Honaker, Extraktion des Zinkdithizonates mit verschiedenen Lösungsmitteln 281
Schweitzer, G. K., und L. E. Storms, Extrahierbarkeit von Antimon(V)-spuren 432.
Schwerdtfeger, E., Bestimmung von Aminosäuren auf Filtrierpapier 227
Seal, K. C., Silberbestimmung in Gegenwart großer Mengen Cu und Ni 280
Searle, C. E., und D. L. Woodhouse, Bestimmung von Glykogen in der Leber 154
Šedivec, V., und V. Vašák, Bestimmung von Blei mit Diäthyldithiocarbaminat 401
Segonzac, G., siehe Vincent, D.
Seher, A., Bestimmung von Fettsäureamiden 294
Šejn, S. M., siehe Portnov, M. A.
Seki, M., siehe Yanagisawa, S.
Seki, T., Trennung von Oestriol, Oestron und Oestradiol-17β 307
Seligson, D., G. J. McCormick und K. Sleeman, Colorimetrische Bestimmung von Chlorid im Serum und anderen biologischen Flüssigkeiten 220
Selim, A. S. M., M. E. A. Ramadan und M. M. El-Sadr, Isolierung von L-Phenylalanin aus Proteinhydrolysaten mit Hilfe von Pikraten der Erdalkalien 231
Šemjatenkova, V. T., siehe Sjavcillo, S. V.
Sen, B., siehe West, Ph. W.
Senderichina, D. P., Bestimmung von Aerosolen von Paraffin und Ceresin in der Atmosphäre von Industriebetrieben 375
Senn jr., W. L., siehe Berg, E. W.
Šerák, J., und M. Kutáček, Trennung der Glykoalkaloide des Solaninkomplexes 303
Serjakova, I. V., siehe Kuznecov, V. I.
Serfass, E. J., siehe Schmauch, G. E.
Ševela, M., Bestimmung der Serumtransaminase 317
Shah, R. A., siehe Belcher, R.
Shain, I., und C. O. Huber, Automatisches Derivativ-Titrationsgerät für potentiometrische Titrationen bei konstanter Stromstärke 42
Shalgosky, H. I., siehe Reynolds G. F.
Shamaiengar, M., siehe Mair, B. J.
Sharkey, jr. A. G., siehe Langer, S. H.
Shaw, E. R., und J. F. Corwin, Colorimetrische Bestimmung von Germanium mit Molybdänblau 285
Shaw, G. W., siehe Heyes, J. K.
Shearer, N. W., siehe Mathers, J. E.
Sherma, J., und W. Rieman III, Trennmöglichkeit höherer Ketone 359
Shibata, N., siehe Kitagawa, H.
Shimp, J. H., siehe Spies, J. P.
Shirakawa, S., siehe Yokosuka, S.
Sholette, W. P., siehe Willits, C. O.
Shooter, E. M., E. R. Skinner und J. C. White, Analyse des menschlichen Hämoglobins 310
Silaeva, E. V., siehe Stepin, V. V.
Silberman, H., siehe Angapindu, A.
Silbert, L. S., und Swern, D., Reaktion von tertiären Butylperestern mit Jodionen 129
Silverman, L., und K. Trego, Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen in Zirkonium und Zirkoniumoxychlorid 382
Simenauer, A., Bestimmung des Betains als Reineckat 294
Simmonds, D. H., Automatische Bestimmung der durch Ionenaustauscher getrennten Aminosäuren 224
Simon, V., und J. Zýka, Hydrochinon als reduktometrisches Reagens 43. — Siehe auch Krejzová, E., sowie Mráz L.
Singleton, W. S., siehe Talluto, K. F.
Šitareva, G. G., siehe Nazarenko, V. A.

Sjavcillo, S. V., V. T. Šemjatenkova und A. M. Nešumova, Chlorbestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 288
Sjöquist, J., Lösungsmittelsystem für papierchromatographische Trennungen 154
Sjöström, E., und L. Nykänen, Bestimmung von Coffein in Gegenwart von Antipyrin und Phenacetin 301
Skiba, K.-J., siehe Kaufmann, H. P.
Skinner, E. R., siehe Shooter, E. M.
Skogstrom, P., siehe Rosenkrantz, H.
Skoog, D. A., siehe Bartlett, J. K.
Sleeman, K., siehe Seligson, D.
Smiley, W. G., Bestimmung von Kohlenstoff in Eisenlegierungen 383
Smith, G. F., siehe Banick jr., W. M.
Smith, M. F., siehe Spindler, D. C.
Smith, P., Bestimmung aromatischer Substanzen im Urin 148
Smith, R. N., J. Swinehart und D. G. Lesnini, Gaschromatographische Analyse von Gemischen aus Stickstoff, Distickstoffoxyd, Stickstoffmonoxyd, Kohlenmonoxyd und Kohlendioxyd 40
Smitt-Amundsen, J., siehe Wacek, A.
Smullin, Ch. F., L. Hartmann und R. S. Stetzler, Abtrennung größerer Glyceringehalte aus Gemischen von Polyalkoholen 76
Smyles, E., siehe Lieberman, S.
Snyder, R. E., siehe Fanale, D. T.
Sobel, Ch., und R. J. Henry, Bestimmung von Adrenalin 303
Sobko, M. Ja., siehe Fedoseev, P. N.
Sobolewski, G., siehe Nadeau, G.
Sokolov, A. V., N. K. Michailjan und G. F. Korotaeva, Quantitative Bestimmung von Dimethylphenylcarbinol 128
Sokolova, N. V., und K. T. Loseva, Bestimmung der Halogene in organischen Substanzen 124
Soley, M. H., siehe Barker, S. B.
Solymosi, F., siehe Csányi, L. J.
Sommer, H., und K. F. Meyer, Bestimmung von Muschelgift 320
Soomägi, M. R., siehe Svanborg, A.
Sorge, G., siehe Überreiter, K.
Sorokin, Ja. Z., siehe Levit, R. M.
Sotnikov, V. S., siehe Alimarin, I. P.
Souci, S. W., K.-E. Quentin und J. Indinger, Bestimmung kleiner Mengen Fluor 436
Soupart, P., Enzymatische Bestimmung von L-Histidin in Urin 460
Spackman, D. H., W. H. Stein und S. Moore, Automatisch registrierende Apparatur zur quantitativen Bestimmung von Aminosäuren 224. — Siehe auch Moore, S.
Sparks, S. A., siehe Isenberg, N.
Specker, H., und M. Cremer, Über Eisen(III)-Verbindungen in chloridhaltigen Verteilungssystemen 110 [Or]
Specker, H., und E. Jackwerth, Verfahren zur Analyse extrahierter anorganischer Verbindungen. Anwendung der Jobschen Methode der kontinuierlichen Variation und konduktometrischer Titrationen 416 [Or]. — Siehe auch Jackwerth, E.
Spencer, M. S., Äthylenstoffwechsel der Tomatenfrucht 303
Sperry, W. M., und M. Webb, Bestimmung von Cholesterin 155
Speth, O. C., siehe Arison, B. H.
Spies, J. P., E. J. Coulson, D. C. Chambers, H. S. Bernton, H. Stevens und J. H. Shimp, Alkalische Hydrolyse bei der Mikrobestimmung von Aminosäuren 231
Spindler, D. C., und M. F. Smith, Spektralanalytische Bestimmung von Fluor in Porzellan-Emaille-Fritten 388
Spiridonova, O. S., und T. I. Bezuglova, Isolierung der Carbidphase aus Stählen 65
Spoerri, P. E., siehe Goldenberg, V.
Sporek, K. F., Komplexometrische Bestimmung von Sulfat in Uranerzen 68
Srivastava, T. S., siehe Pande, C. S.
Stafford, H. A., A. Magaldi und B. Vennesland, Enzymatische Bestimmung von Hydroxypyruvat 153
Stafford, J. E., siehe Meister, P. D.
Stagg, H. E., siehe Butt, L. T.
Staib, W., und W. Schild, Verteilung der 17-Ketosteroide im Harn von gesunden und krebskranken Frauen 306
Stănescu, D., siehe Duca, A.
Stanley, T., siehe Sawicki, E.
Staple, E., siehe Whitehouse, M. W.
Stark, J. B., siehe Goodban, A. E.
Stárka, L., Trennung der 17-Ketosteroide aus dem Harn 306
Šťastný, M., siehe Michalec, Č.
Stearns, T. W., siehe McCall, J. T.
Stedman, R. J., siehe Long, A. G.
Stegemann, H., Bestimmung von Hydroxyprolin 232
Stegemann, H., und H. F. Griffin, Nachweis von Hydroxyprolin neben Prolin 232

Stein, W. H., siehe Moore, S., sowie Spackman, D. H.
Stengel, E., und G. Riemer, Beitrag zur photometrischen Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration des Calciums und des Magnesiums 118 [Or]
Stepin, V. V., V. I. Ponosov und E. V. Silaeva, Trennung kleiner Mengen Bi, Pb, Co, Ni, P, Fe und Cu mit Ionenaustauschern 287
Stern, J., und W. H. P. Lewis, Bestimmung von Calcium in Blutserum 143
Sternberg, H., siehe Friedrich, A.
Stetzler, R. S., siehe Smullin, Ch. F.
Stevens, H., siehe Spies, J. P.
Stewart, J. A., und J. C. Bartlet, Bestimmung von Zink in biologischem Material 219
von Stieglitz, C. R., Modifikation der elektrometrischen Bestimmung von Zuckern 136
Stock, J. T., Trennung von Kupfer und Arsen 201
Štolc, V., Papierchromatographischer Nachweis von Thyroxin im Serum 304
Stone, K. G., siehe van Hall, C. E.
Storms, L. E., siehe Schweitzer, G. K.
Stout, W. J., siehe Kurtz jr., S. S.
Strachota, J., und Z. Kotásek, Colorimetrische Bestimmung von Brenzcatechin 133
Strachov, N. P., siehe Kalinčenko, L. P.
Strack, E., siehe Biesold, D.
Stragand, G. L., und H. W. Safford, Apparatur zur S- und Halogenbestimmung 122
Subbarow, Y., siehe Fiske, C. H.
Südhof, H., Bestimmung des Kohlenhydratanteils innerhalb der einzelnen Serumeiweißfraktionen 237
Sullivan, M. X., siehe Irreverre, F.
Summerson, W. H., siehe Barker, S. B.
Sun, S. C., D. L. Love und R. T. Holzmann, Bestimmung von Stärke in Flotationstrüben 444
Surrey, K., Histochemischer Nachweis von Aminogruppen in Eiweiß frischer Gewebeschnitte von Bohnenkeimblättern 233
Suzuki, K., siehe Gotô, H.
Svanborg, A., L. Svennerholm, J. von Dorrien und M. R. Soomägi, Bestimmung von unveresterten Fettsäuren in normalem menschlichem Plasma 457
Švarc, D. M., und L. N. Kaporskij, Spektralanalyse von Reinstzink 380
Svehla, G., siehe Erdey, L.
Svennerholm, L., siehe Svanborg, A.
Švidko, R. I., siehe Dychanov, N. N.
Swahn, B., Bestimmung der Gesamtlipoide im Serum 149
Swann, M. H., und M. L. Adams, Bestimmung von Salpetersäureestern 391. — Siehe auch Adams, M. L.
Sweeney, J. T., siehe Chittum, J. W.
Swern, D., siehe Silbert, L. S.
Swinehart, J., siehe Smith, R. N.
Swoboda, P. A. T., und C. H. Lea, Bestimmung der Peroxydzahl von Speisefetten 135
Szabó, L., siehe Gyenes, I.
Szegvári, Gy., siehe Donhoffer, Sz.
Szekeres, L., Bestimmung von Bromid mit Bromat in saurer Lösung 436

Tabor, H., siehe Neeman, M.
Tabushi, M., siehe Ishibashi, M.
Taimni, I. K., und G. B. S. Salaria, Trennungsgang der Kationen 56
Tajima, E., siehe Yamagata, N.
Talluto, K. F., R. R. Benerito und W. S. Singleton, Färbemethode zur direkten Bestimmung von Lipoiden und Lipoproteinen auf Filtrierpapier 148
Tamele, M. W., und L. B. Ryland, Bestimmung von Wasser in Erdöldestillaten 446
Tandon, J. P., Studies in Bivalent Chromium Salts. Part VIII. Estimation of Nitro, Nitroso, and Azo Compounds, Quinones and Carbohydrates with Chromous Sulphate 184 [Or]
Tantivatana, P., siehe Angapindu, A.
Tappi, G., E. M. Andreoli und E. Frea, Bestimmung von Steroidhormongemischen in öligen Lösungen 307
Tattje, D. H. E., Bestimmung von Thujon 299. — Bestimmung von Piperiton in Eukalyptusölen 300. — Bestimmung von Digitalisglykosiden 300
Teague, F. A., siehe Davis, D. R.
Tentori, L., siehe Cavina, G.
Teodorovič, I. L., siehe Abramov, M. K.
Terentjev, A. P., P. N. Fedoseev und N. P. Ivašova, Gleichzeitige Bestimmung von N, S und Halogenen in organischen Verbindungen 122
Ter Heide, R., siehe unter „H“

Tertoolen, J. F. W., D. A. Detmar und C. Buijze, Die spektrophotometrische Bestimmung von kleinen Mengen Blei in Aluminium und Kupferlegierungen, Eisen und Stahl und anderen Materialien 401 [Or]
Thaler, H., und F. H. Mühlberger, Nachweis von Teerfarbstoffen in Wein 367
Thibert, R., siehe Goodwin, J. F.
Thiele, D., siehe Bähr, G.
Thomas, B. S., siehe Bulbrook, R. D.
Thommes, G. A., und E. Leininger, Bestimmung von o- und m-Hydroxybenzoesäure in Gemischen 365
Thomson, D. A., siehe Chalmers, R. A.
Thurber, F. H., siehe King, W. H.
Timell, T. E., siehe Barth, F. W.
Tjuleneva, N. P., siehe Zaiceva, G. N.
Tompsett, S. L., Bestimmung flüchtiger Phenole in Urin 155
Torii, T., Bestimmung von Eisen im Serum 147
Toubol, V., Nachweis von Dimethylparathion und Diäthylparathion in Mischungen 218
Trego, K., siehe Silverman, L.
Trenner, N. R., siehe Arison, B. H.
Trichtel, F., siehe Pillat, A.
Tromans, F. R., siehe Corbridge, D. E. C.
Trujillo González, A., siehe del Refugio Balcázar-de-Aztegui, M.
Truog, E., siehe Berger, K. C.
Tschapke, H., und H. Plessing, Bestimmung von Vitamin D in bestrahlten Hefen und in öligen Lösungen von bestrahltem Ergosterin 208
Tytko, K.-H., siehe Krapp, H.

Überreiter, K., und G. Sorge, Bestimmung organischer Peroxyde 125
Ueno, K., siehe Saito, M.
Umemoto, S., und Y. Yamamoto, Bestimmung von Eisen im Serum 147
Underwood, J. C., siehe Willits, C. O.
Ura, M., Photometrische Bestimmung von Phosphor in Stahl und Spezialstählen 384
Uriel, J., Nachweis der Katalase- und Peroxydaseaktivität des Hämoglobins 318
Utsugi, N., siehe Nojima, S.

Vágó, A., siehe Kálmán, L.
Vaidyanathan, C. S., siehe Giri, K. V.
Vaillancourt, G., siehe Chartier, J.
Vancea, M., C. Liteanu und M. Voluşniuc, Bestimmung des assimilierbaren Phosphors 439
Vancea, M., und M. Voluşniuc, Maßanalytische Bestimmung von Phosphat 439. — Siehe auch Liteanu, C.
Varga, B., siehe Zsupán, K.
Várnai, I., siehe Donhoffer, Sz.
Vašák, V., siehe Šedivec, V.
Vasjutinskij, A. I., siehe Portnov, A. I.
Vavreinová, D., siehe Číhalík, J.
Večeřa, M., siehe Borecký, J., sowie Gasparič J. und Petránek J.
Veibel, S., und I. K. Krogh Andersen, Bestimmung von Aldehyden 294
Veibel, S., I. G. Krogh Andersen und B. J. Nielsen, Bestimmung und Identifizierung von Aldehyden 294
Vejnberg, G. V., siehe Zajdel', A. N.
Vennesland, B., siehe Stafford, H. A.
Vertalier und Martin, Selektive Mikrobestimmung der Alkoxygruppen 126
Vietti-Michelina, M., Chromatographische Trennung von Thioharnstoff und Thiouracil 352 [Or]
Vincent, D., G. Segonzac und M.-C. Vincent Colorimetrische Bestimmung von Acetylcholin durch die Hestrinsche Reaktion 390
Vincent M.-C., siehe Vincent, D.
Vinogradova, A. D., siehe Kljačko, I. R.
Visakorpi, J. K., und A.-L. Puranen, Qualitative und quantitative Bestimmung von Aminosäuren im Urin von Kindern durch Hochspannungspapierelektrophorese 229
Vishnu, siehe Ramaiah, N. A.
Vogel, G., Photometrische Bestimmung von Adeninnucleotiden im Blut 313
Vollaire-Salvá, J., Untersuchung von Eipulver 371
Voluşniuc, M., siehe Liteanu, C., sowie Vancea M.
Voráček, J., siehe Číhalík, J.

Wacek, A., und J. Smitt-Amundsen, Bestimmung des Methanolgehaltes von Schwarzlaugen 74
v. Wacek, A., und K. Kratzl, Bestimmung von Aldehyden 294
v. Wacek, A., und F. Zeisler, Bestimmung von Methanol 74
Wachs, W., und P. Petscha, Nachweis von Palmsamenfetten in Kakaobutter 368

Waclawik, J., Kontinuierliche konduktometrische Bestimmung von Kohlenmonoxyd in Gasen 377
Waddill, H. G., und G. Gorin, Halbmikrobestimmung von Cystein 459
Wadhwani, T., siehe Rao, N.
Wager, H. G., Bestimmung von Äthanol und Acetaldehyd in pflanzlichem Gewebe durch Tieftemperatur-Diffusion 217
Wagner, J. G., J. K. Dale, C. A. Schlagel, P. D. Meister und R. E. Booth, Bestimmung von Prednisolon in Tabletten 396
Wagner, U., siehe Heller, K.
Wakamatsu, S., Verflüchtigung von Borsäure im Wasserdampfstrom 52. — Bestimmung von Bor in hochlegierten Stählen 383
Walisch, W., und M. R. F. Ashworth, Halogenidbestimmung in verdünnter Lösung 435
Walker jr., H. G., und R. Erlandsen, Bestimmung von Betain 295
Walsh, J. R., siehe Humoller, F. L.
Wasson, R. D., siehe Chilcote, M. E.
Watanabe, S., siehe Yamagata, N.
Watanabe, T., siehe Gotô, H.
Watanabe, Y., siehe Yanagisawa, S.
Watson, D., und D. A. Pratt, Mikrobestimmung von Harnstoff in biologischen Flüssigkeiten 149
Watt, G. W., und J. D. Chrip, Bestimmung von Harnstoff 458
Watzke, E., siehe Heilmann, J.
Webb, M., siehe Sperry, W. M.
Webster, T. B., siehe Loveland, J. W.
Weinmann, W., Bestimmung von Insecticidrückständen auf Obst und Gemüsen 139
Weiser jr., H. J., siehe Quinlin, P.
Weisz, H., siehe Belcher, R.
Weitkamp, H., siehe Korte, F.
Wender, I., siehe Langer, S. H.
Werner, G., und O. Westphal, Bestimmung von Aminosäuren 229
West, Ph. W., B. Sen und N. A. Gibson, Analyse der Luftverunreinigungen 61
West, T. S., siehe Belcher, R.
Westall, R. G., siehe Bate-Smith, E. C.
Westphal, O., siehe Nowotny, A., sowie Werner G.
de Wet, W. J. und V. Pretorius Trennwirkung gasverteilungschromatographischer Kolonnen 40
Wheeldon L. W. und F. D. Collins Bestimmung von Cholin 458. — Bestimmung von Äthanolamin und Serin 459. — Siehe auch Collins F. D.
White, J. C., siehe Shooter, E. M.
White jr., J. W., siehe Hoban, N.
Whitaker, D. R., siehe Hanson, K. R.
Whitehouse, M. W., A. E. Bresler und E. Staple, Nachweis von Lipoiden, Steroiden, ungesättigten Fettsäuren und terpenähnlichen Kohlenwasserstoffen 297
Whittaker, C. W., siehe Schollenberger, Ch. J.
Wiedmann, H., Bestimmung von Zinn, Kupfer, Blei, Eisen und Nickel in Rotguß und Bronzen 379
Wieland, Th., und E. Kawerau, Papierelektrophoretische Technik 229. — Siehe auch Kawerau, E.
Wieme, R. J., Densitometer zur direkten Colorimetrie unregelmäßig geformter chromatographischer Flecken 42
Wilcox, E. B., siehe Galloway, L. S.
Wilkinson, J. H., siehe Bowden, C. H.
Will III, F., und J. H. Yoe, Photometrische Bestimmung von Molybdän 56
Willard, H. H., und J. A. Dean, Bestimmung von kleinen Mengen Aluminium 283
Williams, Mikrobiologische Bestimmung von Aminosäuren 230
Williams, C. A., und P. Grabar, Kontrolle der Elektrophorese in Agargel 140
Williams, K. T., siehe Potter, E. F.
Williams, L. A., R. A. Linn und B. Zak, Bestimmung von Alkohol in Blut 147
Williams, W. J., Nachweis und Bestimmung von Kobalt 57
Williamson, D. H., siehe Dickens, F.
Willits, C. O., W. P. Sholette und J. C. Underwood, Bestimmung von Äpfelsäure in Ahornsirup 361
Willms, Ch. R., und W. M. Harding, R_f-Werte von Aminosäuren 226
Winston, S., siehe Alberts, W. W.
Wise, C. S., siehe Jeanes, A.
Witting, L. A., und B. S. Schweigert, Identifizierung flüchtiger Carbonylverbindungen in Fleischfett 368
Wohnlich, H., Nachweis von Amylase, α-Glucosidase und Phosphorylase im menschlichen Schweiß 240
Wolff, J. P., Anwendungsmöglichkeiten von Spektralphotometern in der Fettindustrie 78

Woodhouse, D. L., siehe Searle, C. E.
Wright, L. M., siehe Lynch, D. L.
Wunderlich, H., Analytik von 5-Nitro-2-furaldehyd-semicarbazon 301
Wunderly, Ch., Elektrophorese auf Agargel 141
Wunderly, Ch., und S. Piller, Papierelektrophoretische Technik 237

Yamagata, N., T. Yamagata, S. Matsuda, E. Tajima und S. Watanabe, Bestimmung von Caesium-137 in Nahrungsmitteln, Urin und anderen Produkten 366
Yamagata, T., siehe Yamagata, N.
Yamaguchi, Sh., und T. Hori, Eine Methode zur quantitativen Bestimmung der ferromagnetischen Beimengungen im austenitischen Stahl mit Hilfe der Elektronenbeugung 193 [Or]
Yamamoto, K., Polarographische Bestimmung von Eisen, Kupfer, Zink und Mangan in Pflanzenasche 441
Yamamoto, Y., siehe Umemoto, S.
Yamamura, S., siehe Fritz, J. S.
Yanagisawa, S., M. Seki, Y. Watanabe, S. Nakamura und F. Moriya, Bestimmung von schwerem Wasser in Wasser 62
Yoe, J. H., siehe Frierson, W. J., sowie Will III, F.
Yokosuka, S., und S. Shirakawa, Mikrobestimmung von Schwefel nach der Methylenblaumethode 433. — Bestimmung von Mikromengen Schwefel in Selen 438

Zacharova, Z. A., siehe Filimonov, L. N.
Zahn, C., siehe Langer, S. H.
Zahn, H., Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Urin 223
Zahradník, R., siehe Kobrle, V.
Zaiceva, G. N., und N. P. Tjuleneva, Bestimmung der Aminosäuren auf Chromatogrammen 227
Zajdel', A. N., N. I. Kaliteevskij, L. V. Lipis, M. P. Čajka und Ju. I. Beljaev, Verdampfungsmethode zur Bestimmung von Metallen 68
Zajdel', A. N., und A. A. Petrov, Bestimmung von Wasserstoff in Metallen 383
Zajdel', A. N., A. A. Petrov und G. V. Vejnberg, Bestimmung von Wasserstoff in Metallen 383
Zak, B., Bestimmung von Kupfer und Eisen im Serum 454. — Siehe auch Williams, L. A.
Zannier, H., siehe Rüdorff, W.
Zato, J., Gravimetrische Bestimmung von Wolfram 57
Zeisler, F., siehe v. Wacek, A.
Zeitlin, H., M. M. Frodyma und G. Ikeda, Bestimmung von Kupfer in Thunfisch 137
Zelikman, A. N., und N. N. Gorovic, Bestimmung von Wolfram in Molybdänprodukten 211
Zickgraf, H., siehe Knauff, H. G.
Ziegler, M., und W. Rittner, Trennung des Kobalts von Nickel mit Anionenaustauschern und photometrische Bestimmung des Kobalts als Cyanatkomplex (Berichtigung) 160
Ziegler, M., H. Sbrzesny und O. Glemser, Die Trennung des Silbers von Blei durch Extraktion als Silberisopropenylacetylid 96 [Or]
Zipper, H., und M. D. Glantz, Papierelektrophoretische Trennung von Phosphatiden 223
Zöllner, N., und P. Birk, Bestimmung des Blutammoniaks bei Leberkrankheiten 143
Zook, E. G., siehe Ellis, G. H.
Zsupán, K., und B. Varga, Bestimmung von Tetrachloräthan in der Luft 375
Zuiderweg, F. J., siehe van Deemter, J. J.
Zweig, G., siehe Block, R. J.
Zýka, J., siehe Krejzová, E., sowie Mráz, L. und Simon, V.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abietinsäure, Bestimmung 34
Abwasser, Bestimmung von Zink 50
Acalo, Bestimmung 298
Acetaldehyd, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376; im pflanzlichen Gewebe 217
Acetanhydrid, Medium für Säure-Base-Titrationen 16; Bestimmung von Schwefelspuren 211
Acetat-Puffersysteme 342
Aceton, Bestimmung 127, 129; in wäßriger Lösung 127; in Luft und Gasgemischen 376; in biologischen Flüssigkeiten 221
Acetylaceton, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 221
Acetylcholin, Bestimmung durch die Hestrinsche Reaktion 390
Acetylcholinesterase, Bestimmung 239
Acetylen, Standardskala für die colorimetrische Bestimmung 290
Acetylgruppen, Mikrobestimmung 126
Aconitin, Bestimmung von Brucin neben Aconitin 400
Acrolein, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
Acrylnitril, Bestimmung 448
Aerosole von Paraffin und Ceresin, Bestimmung in der Atmosphäre von Industriebetrieben 375
Adeninnucleotide, Bestimmung im Blut 313
Adenosin, Bestimmung 313
Adenosindiphosphat, Bestimmung 313
Adenosinmonophosphat, Bestimmung 313
Adenosinphosphatide, Abtrennung 312
Adenosintriphosphat, Bestimmung 313
Adipinsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Adrenalin, R_f-Wert und Farbreaktion 392; Bestimmung 393; im Urin 303, 463
Adrenalon, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Adrianol, R_f-Wert und Farbreaktion 392
ÄDTA-Titrationen, Omega Chrome Fast Blue 2 G, neuer Indicator 98; potentiometrische Durchführung 199
Äpfel, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Äpfelsäure, Bestimmung 39, 361; Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Äthan, Bestimmung 447
Äthanal, R_f-Wert 128
Äthanol, Bestimmung 127; Bestimmung in Nagellacken 452; in pflanzlichem Gewebe 217
Äthanolamin, Bestimmung 459; in Lipoiden 150
Äther, Bestimmung in wäßriger Lösung 127
Ätherische Öle, Nachweis von Estern niederer Fettsäuren 299; Bestimmung von Thujon 299
1-Äthinyl-cyclohexyl-allophanat, papierchromatographisches Verhalten 298
1-Äthinyl-cyclohexyl-carbaminat, papierchromatographisches Verhalten 298
o-Äthoxylbenzaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Äthoxylgruppen, Mikrobestimmung 126
Äthylacetat, Bestimmung in Nagellakken 452
2-Äthylanthrachinon, Bestimmung 366
Äthylbrenzcatechin, Bestimmung in Kreosotölen 364
Äthylcentralit, Bestimmung in Treibmitteln 449
Äthylen, Bestimmung bei der Untersuchung des Äthylenstoffwechsels der Tomatenfrucht 303
Äthylenglykol, Abtrennung von Glycerin 76
Äthylenimoniumion. polarographische Bestimmung 390
Äthylester der Kel-F-Säure 8114, Bestimmung 293
Äthylgruppe, Nachweis in Diäthylparathion 218
Äthylmethacrylsäureester, polarographische Untersuchung 448
Äthylmorphin, Bestimmung von Brucin neben Äthylmorphin 400
Äthylphenole, Bestimmung 445
Ätiocholanolon, R_f-Wert 306
Agargel, Kontrolle der Elektrophorese 140
Agglomerate, Titration von Fe^{II} und Fe^{III} nebeneinander 69
Agmatin, R_f-Wert 152
Ahornsirup, Bestimmung von Äpfelsäure 361
Ajmalicin, Identifizierung 399
Ajmalin, Identifizierung 399
Alanin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223

D,L-Alanin, R_f-Wert 226
Albaspidin, Abtrennung aus Extrakten von Dryopteris filix mas 443
Albumine, Bestimmung 461
Aldehyde, Bestimmung und Identifizierung 294; Trennung gesättigter aliphatischer n-Aldehyde 128; Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
5-Aldehydo-brenzschleimsäure, Bestimmung 464
Aldobiouronsäure, Abtrennung 362
Aldotriouronsäure, Abtrennung 362
Aldrin, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Algenprotein zur Bestimmung von Eiweiß 235
Alginsäure, Nachweis im Seetang 80
Alizarinkomplexe von Zirkonium und Thorium zur Bestimmung von Sulfationen 434
Alizarinrot S zur Bestimmung von Kupfer 280
Alkali, Bestimmung in Phenollösungen 448
Alkalimetalle, Bestimmung in Caesiumsalzen 387
Alkaloide, Bestimmung 319, 398
Alkohole, Bestimmung in wäßriger Lösung 127; papierchromatographische Trennung und Identifizierung der aliphatischen C_1-C_{18}-Alkohole 290; Bestimmung in Produkten der Fischer-Tropsch-Synthese 447; im Blut 147, 454; Bestimmung von Schwefelspuren in vergälltem Alkohol 211
Alkoxylgruppen, Mikrobestimmung 126; Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 292
Alkydharze, Bestimmung von Phthalsäureisomeren und Benzoesäure 449
4-Alkylbrenzcatechin, Bestimmung 364
Alkylsulfat, Bestimmung in Haarwaschmitteln 452
Allyl-methacrylsäureester, polarographische Untersuchung 448
Aludrin, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Aluminium, Reaktion mit Solochromviolett RS 284; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; papierchromatographischer Nachweis 41; Untersuchung 106; Abtrennung an der Silicagelsäule 266; Trennung von Titan und Eisen 42; von Zirkonium 42; Bestimmung kleiner Mengen in Gegenwart anderer Mtealle 283; von Spuren neben viel Eisen 204; Bestimmung geringer Mengen in Beryllium 209; in Titan 382; spektrographische Bestimmung in Raffinaten 66; Einfluß auf die Bestimmung von Indium in Zink und Zinklegierungen 381; auf die Thoriumbestimmung 334; auf die Schwefelbestimmung 433
Aluminiumionen, Bestimmung von Phosphationen neben Aluminiumionen 355
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Blei 401
Ameisensäure, Identifizierung 374; Bestimmung 130; Bestimmung in Teig- und Backwaren 370
Ameisensäureeisen(III)-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299
Amine, Tüpfelnachweis 359; Bestimmung 447; automatische Titration primärer aromatischer Amine 365; Bestimmung biogener Amine 151
p-Aminobenzoesäure, Verwendung in der Analyse 106
Aminobuttersäure, Bestimmung 227
Amino-n-buttersäuren, Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Aminogruppen, Nachweis in Eiweiß von frischen Gewebschnitten von Bohnenkeimblättern 233
Amino-hydroxydisulfo-naphthylamine, Verwendung in der Analyse 106
8-Amino-1-hydroxy-5-sulfo-2-napthylamin, Verwendung in der Analyse 106
Amino-naphthalinsulfonsäuren, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200
Amino-naphthol-sulfonsäuren, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200; Verwendung in der Analyse 106
p-Aminophenol, Verwendung in der Analyse 106
p-(p-Aminophenylazo)benzoesäure, Verwendung in der Analyse 106
p-Aminosalicylsäure, Verwendung in der Analyse 106
Aminosäuren, Bedeutung der Austauscherkörnchengröße bei der Analyse 223; R_f-Werte 226; Bestimmung auf Chromatogrammen 227; papierchromatographische Trennung 225; Bestimmung mit Ninhydrin auf Filterpapier 227; Bestimmung der durch Ionenaustausch getrennten Aminosäuren 224; chromatographische Trennung an sulfoniertem Polystyrolharz 225; automatisch registrierende Apparatur bei der Trennung von Aminosäuren 224; turbidimetrische Bestimmung 459; nephelometri-

sche Messungen bei mikrobiologischer Bestimmung 230; Trennung aus einem Eiweißhydrolysat 226; Bestimmung jodhaltiger Aminosäuren in der Schilddrüse 462; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223; Bestimmung der Zusammensetzung im Blutserum 226 Bestimmung im Urin von Kindern 229
Aminsalze, Tüpfelnachweis 359
Ammoniak, Bestimmung in Gemischen 423; Bestimmung von Stickstoff in wasserfreiem Ammoniak 388; Bestimmung in Blut 143
Ammonium, Abtrennung an Ionenaustauschern 199
Ammoniumbenzolseleninat zur Bestimmung von Zirkonium 54
Ammoniumchlorid, Titration 23
Ammoniummetavanadatlösung zum Nachweis der Sympathicomimetica 393
Ammoniumnaphthalinseleninat zur Bestimmung von Zirkonium 54
Ammoniumnitrat, Analyse 214
Ammoniumpuffersysteme 342
Ammoniumsulfat, Bestimmung im Serum 144
Amylacetat, Extraktionsmittel zur Trennung von Elementen 203
Amylase, Nachweis im Schweiß 240
n-Amyl-methylketon, Abtrennung 360
Analyse, qualitative Analyse der Anionen 45; Mikromethoden der Elementaranalyse 288; Nomogramm zur Berechnung organischer Analysen 124; Fehler des Umschlagstropfens in der Maßanalyse 321; Verwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse 430; Darstellung von Thioacetamid im Laboratorium 201; Verwendung von Urotropin in der quantitativen Analyse 44; Anwendung von Thiosemicarbaziden 205; Verwendung von o-Dithiolen 202; Hydrochinon als reduktometrisches Reagens in der Maßanalyse 43
5-Androsten-3β-chloro-17-on, R_f-Wert 306
Androsteron, R_f-Wert 306
Aneurinhydrochlorid, Titration 19
Anilin, Verwendung von Azoverbindungen in der Analyse 106; Nachweis 213; Analyse 200; Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
7-Anilino-1-naphthol-3-sulfonsäure, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200
Anionen, qualitative Analyse 45
p-Anisidin zur Bestimmung von Carotin und Gossypol 78
Anorganische Verbindungen, Analyse extrahierter anorganischer Verbindungen 416
Anreicherungsprodukte, Bestimmung von Kupfer 385; Bestimmung von Cu, Pb und Zn 67
Antozolin-HCl, R_f-Wert 391
Anthracen, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
9-Anthracenaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Antibiotica, bester p_H-Wert zur Extraktion 396
Antihistamine, Bestimmung 319; papierchromatographische Trennung 391
Antikörper, Bestimmung durch Ausfällung auf Papier 158
Antimon, Bestimmung 199; Abtrennung 199; Bestimmung in Reinstzink 380; in Uranoxyd 68; in organischen Antimonverbindungen 288; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestimmung 433; Bestimmung von Kupfer 48, 287; Kobaltbestimmung in Antimon 210
Antimon(III), Bestimmung 430
Antimon(V), Extrahierbarkeit von Spuren 432
Antioxydantien, Analyse 78, 215
Antipyrin, Titration 18; Bestimmung von Coffein 301
Anisaldehyd, Reaktion mit Sulfanyl-n-butylcarbamid 394; Bestimmung in Stadtluft 376
Antiserum, Untersuchung 106
Antivitamine, Nachweis 207
Apfelsinen, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Apophedrin, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Arbeitskleidung, Bestimmung von E 605 und Methyl-E 605 217
Arginasepräparate, colorimetrische Bestimmung von Harnstoff 458
Arginin, Bestimmung 227, 230; turbidimetrische Bestimmung 459; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Aromaten, Untersuchung in Gasölfraktionen 73; Bestimmung in Urin 148
o-Arsanilsäure, Verwendung in der Analyse 106
Arsen, Abtrennung 199; Trennung von Kupfer 201; toxikologische Mikrobestimmung durch Polarographie 319; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestim-

mung 433; Bestimmung von Kupfer neben Arsen 48;
Arsen(III), Bestimmung 205
p-Arseno-anilin, Verwendung in der Analyse 106
Arylidendi-(trifluoracetat), Bestimmung in der Stadtluft 376
Arzneimittel, Bestimmung von Salpetersäureestern 391; des Eusintomycins 297
Aschen, Bestimmung von Fe, Cu, Zn und Mn in Pflanzenasche 441
Ascorbinometrische Bestimmungen, Anwendung der Titration von Hexacyanoferrat(III) 164
Ascorbinsäure, chromatographisches Verhalten in wäßriger Lösung 138; Bestimmung 372; maßanalytische Bestimmung 207; Bestimmung der Gesamtascorbinsäure des Extraktes von Pflanzen 373
Asparagin, Bestimmung 230
Asparaginsäure, Bestimmung 227; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Atropin, Bestimmung von Brucin neben Atropin 400
Atropinmethylnitrat, Titration 18
Aufbereitungsprodukte, Bestimmung von Niob 386
Auspuffgase von Automobilen, chromatographische Auftrennung 61
Austauscherteilchen, Bedeutung der Größe bei der Herstellung von Säulen für die Bestimmung von Aminosäuren 223
Austenit, Bestimmung ferromagnetischer Beimengungen 193
Automobile, chromatographische Auftrennung der Auspuffgase 61
Autounfälle, Lackproben zur Untersuchung von Autounfällen 319
Auxanographie zur Bestimmung von Vitaminen 207
Azoverbindungen, Bestimmung 187; mit Chrom(II) 184

Backwaren, Nachweis flüchtiger aliphatischer Carbonsäuren in Backwaren 369
Bäckerhefe zur Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin 295
Bakterien, Untersuchung langkettiger Fettsäuren bei der Analyse von Lipopolysacchariden 222
Bakterienhydrolysate, Bestimmung von Diaminopimelinsäure 460
Baldrianöl, Untersuchung 299
Barbiturate, papierchromatographisches Verhalten 299; Isolierung aus verwesendem Organmaterial 320
Barbitursäurederivate, Bestimmung 319
Barium, Farbreaktion 100; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Abtrennung 49; an der Silicagelsäule 266; Bestimmung in Kohlen 179
Bariumchlorid, Titration 23
Basen, Titration schwacher Basen in Gegenwart großer Salzmengen 43
Basudin, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Bathocuproin zur Bestimmung von Kupfer 454
Bathophenanthrolin zur Bestimmung von Eisen 454
Benzalchlorid zum Nachweis mehrkerniger Phenole und Kohlenwasserstoffe 132
Benzaldehyd, Reaktion mit Sulfanyl-n-butylcarbamid 394; Bestimmung 133; in Stadtluft 376
Benzanthracen, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
Benzanthron, Bestimmung in der Luft 377
Benzedrin, R_f-Wert 392
Benzil, Bestimmung 187
Benzochinon, Bestimmung in Maleinsäurelösungen 135
Benzoesäure zur Trennung von Elementen 203; Identifizierung 374; Bestimmung in Alkydharzen 449; Sauerstoffgehalt 341
Benzol, Bestimmung in einer Mischung 39; Bestimmung von Schwefelspuren 211; Trennung von Mono- und Tricarbonsäuren der Benzolreihe 134
Benzoltricarbonsäuren, Abtrennung 134
Benzoylperoxyd, Bestimmung 449; in Kunststoffen 218, 449
Benzylalkylsulfide, Identifizierung und Trennung 292
α-Benzyldioxim, Sauerstoffgehalt 341
Benzperylen, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
Benzpyren, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
Berberin, Bestimmung 199
Berichtigung 160
Bernsteinsäure, Bestimmung 39; der Methylester in Zigarettenrauch 80
Beryllium, Farbreaktion 49; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Bestimmung 199; in Berylliumbronze 49; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestim-

mung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; Bestimmung geringer Aluminiummengen 209
Berylliumbronze, Bestimmung von Beryllium 49
Betain, Bestimmung als Reineckat 294
Bilirubin, Bestimmung im Capillarblut von Neugeborenen 310
Biologische Flüssigkeiten, flammenspektrophotometrische Bestimmung von Calcium 141; Bestimmung von Chlorid 220; von Aceton und Acetylaceton 221; von Harnstoff 149
Biologisches Material, Bestimmung von Zink 219; von Aminosäuren 224
Birnen, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Bismarckbraun, Bestimmung 187
Blei, Farbreaktion 100; papierchromatographischer Nachweis 41; Bestimmung 199; gravimetrische Analyse 286; Titration 50; Abtrennung 49, 55, 199; mit Ionenaustauschern 287; Abtrennung von Silber 96; von Quecksilber 201; von Bi, Cu und Cd 201; Bestimmung in Reinstzink 380; in Aluminium- und Kupferlegierungen, Eisen und Stahl und anderen Materialien 401; in Rotguß und Bronzen 379; in Uranoxyd 68; in Erzen und Mineralien 197; in Erzen und Anreicherungsprodukten 67; im Boden 70; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Kobaltbestimmung 14
Bleiacetat zur Titration von Phosphat 439
Bleilegierungen, radiometrische Titration von Silber 380
Blut, Bestimmung von Ammoniak 143; von Alkohol 147, 454; von Glycerin 236; von Harnstoff 150; von Harnstoff, Kreatinin und Harnsäure 150; von Brenztraubensäure 152; von Glucose 463; von Inulin 463; von Bilirubin im Capillarblut von Neugeborenen 310; der Adeninnucleotide 313; von Cortison und Cortisol 305
Blutplasma, Bestimmung von Aminosäuren 224; Untersuchung der Aminosäuren an sulfoniertem Polystyrolharz 225
Blutplasmaesterasen, elektrophoretische Trennung und Klassifizierung 318
Blutserum, Bestimmung von Calcium 143; von Fettsäuren 456; Trennung der höheren Fettsäuren 147; Bestimmung der Zusammensetzung der Aminosäuren 226; Bestimmung von Vitamin D 308
Boden, Bestimmung von Spurenelementen 70; des pflanzenaufnehmbaren Bors 440; von Carbonat 69; von Kobalt 440; Untersuchung von Kohlenwasserstoffen in der säurelöslichen Substanz organischer Stoffe 70
Bohnenkeimblätter, Nachweis von Aminogruppen im Eiweiß frischer Schnitte von Bohnenkeimblättern 233
Bor, Untersuchung 106; fluorimetrische Bestimmung mit Resacetophenon 325; Bestimmung in Stählen 52, 383; colorimetrische Bestimmung des pflanzenaufnehmbaren Bors 440; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Borsäure, Verflüchtigung im Wasserstoffstrom 52; acidimetrische Bestimmung 282; Bestimmung mit Hilfe von Calciumgluconat 283
Brenzcatechin zur Mikrobestimmung von Vanadium 81; Bestimmung 364; colorimetrische Bestimmung 133
Brenztraubensäure, Bestimmung 39; Bestimmung in Blut von Leberkranken und Diabetikern 152
Brenztraubensäure-Glutamin, Bestimmung der Serumtransaminase 317
Brom, Bestimmung 46, 164; in organischen Verbindungen 289; in Meerkohl 442
Bromat zur Bestimmung von Bromid 436; Bestimmung 164
Brombenzanthron bei der Benzanthronbestimmung in der Luft 377
Bromessigsäuren, R_f-Wert 361
Bromid, Nachweis 202; Bestimmung mit Bromat 436; Bestimmung von Quecksilber in Gegenwart von Bromid 269
Bromnitrophenole, Abtrennung von Insecticiden 244
Bromthion, Analyse 243
Bronzen, Bestimmung von Sn, Cu, Pb, Fe und Ni 379
Brucin, oscillographische Bestimmung 400; Bestimmung in Semen Strychni 398
Bürette für sehr kleine Tropfenvolumina 408
Butanal, R_f-Wert 128
Butanol, Bestimmung in Nagellacken 452; Einfluß auf die Bestimmung von Wasserdampf in Stickstoff 62
Butantriol, Abtrennung von Glycerin 76
Butedrin, R_f-Wert und Farbreaktion 392

Buttersäure, Bestimmung in Teig- und Backwaren 370
n-Buttersäure-eisen(III)-hydroxamat-Komplexe, R_f-Werte 299
Butylacetat, Bestimmung in Nagellacken 452
4-tert.-Butylbrenzcatechin, Bestimmung in Kreosotölen 364
Butyl-hexylindane, Identifizierung 296
Butylhydroxylanisol, Bestimmung 78
Butylhypochlorit, tertiäres Butylhypochlorit als Oxydationsmittel für Titrationen in wasserfreiem Medium 204
Butyl-methacrylsäureester, polarographische Untersuchung 448
Butyl-4-methoxyphenole, Analyse 215
n-Butyl-methylketon, Abtrennung 360
Butyl-4-methylphenole, Analyse 215
Butylperester, Reaktion mit Jodionen 129
Butyraldehyd, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376

Cadaverin, R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Cadmium, Farbreaktion 100; Nachweis 201; papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Untersuchung 106; Bestimmung 183, 199; mit Hexacyanoferrat(II)-lösung 282; mit Natriumaminobenzoat 51; Titration 50; Abtrennung 49, 51, 55, 199; Nachweis in Gegenwart von Kupfer 202; Trennung von Kupfer 42, 202; Bestimmung neben Zink 281; Trennung von Quecksilber 201; von Blei 201; Bestimmung in Reinstzink 380; in Uranoxyd 68; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Kobaltbestimmung 14
Cadmiumdiäthyldithiophosphat zur Bestimmung und Abtrennung von Cadmium 51
Caesium, Fällung mit wenig löslichen Dipikrylaminaten 278; Bestimmung 278; Abscheidung von radioaktivem Caesium aus sehr verdünnten Lösungen 278; Bestimmung der Aktivität von radioaktivem Caesium in Wasser 278
Caesium-137, Bestimmung in Nahrungsmitteln, Urin und anderen Produkten 366
Caesiumsalze, Bestimmung von anderen Alkalimetallen 387
Calcium, Farbreaktion 100; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Untersuchung 106; photometrische Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration 118; Abtrennung 49; an der Silicagelsäule 266; Bestimmung in Gegenwart von Magnesium 281; Bestimmung in Milch und Molke 370; in Zuckerprodukten mit ÄDTA 137; in Wolframerzen 386; in Raffinaten 66; in Pflanzen 441; in biologischen Flüssigkeiten 141; im Serum 142; in Serum oder Urin 143; in Blutserum 143; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; auf die Kobaltbestimmung 14
Calciumchlorid, Titration 23
Calciumgluconat zur Bestimmung von Borsäure 283
Calciumionen, Bestimmung von Phosphationen neben Calciumionen 353, 355
Campher, Bestimmung in Nagellacken 452
Caprinsäureamid, R_f-Wert 294
n-Capronsäureeisen(III)-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299
n-Caprylsäureeisen(III)-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299
Carbide, Isolierung aus Stählen 65
Carbonanhydrase, halbquantitative Bestimmung 240
Carbonat, Bestimmung im Boden 69
Carbonsäuren, Charakterisierung durch Oxydation mit Chromsäure 32; Analyse durch Verteilungschromatographie an Silicagel 38; Nachweis flüchtiger aliphatischer Carbonsäuren in Teig- und Backwaren 369; Bestimmung in Petroleumprodukten 71
Carbonsäurederivate, Bestimmung als Hydroxamsäuren 360
Carbonylverbindungen, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376; Bestimmung in Fetten 78; Identifizierung aus Fleischfett 368
Carotene, Abtrennung 442
Carotin, Bestimmung 78; Bestimmung in Margarine 206
D-Catechin, colorimetrische Bestimmung 135
Catechinamine, Bestimmung im Urin 463
Cellobiose, Abtrennung 363
Cellulosepulver zur Abtrennung von Reserpin 400
Cer, Bestimmung 284; als Peroxydkomplex 52; Titration 44; Bestimmung in Naturstoffen 53
Cer(III), Bestimmung 53; Trennung von Thorium und Eisen(III) 42

Cer(IV), Bestimmung neben Eisen(III) und Lanthan(III) mit Orthodianisidin 329
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung des Sauerstoffpartialdrucks 144; Bestimmung freier Aminosäuren 223; von Eiweiß 235; von Proteinen und Peptiden 234
Ceresin, Extraktionsmittel zur Trennung von Elementen 203; Bestimmung in Aerosolen in der Atmosphäre von Industriebetrieben 375
Ceroxyd, Bestimmung von Mangan 387
Cetylpyridiniumchlorid, Titration 18
α-Chaconin, Bestimmung 303
Chelatometrie, potentiometrische Durchführung 199
Chelone, Analytische Anwendung 261
Chinasäure, papierchromatographischer Nachweis 135
Chinhydron, Bestimmung 187
Chinin, Bestimmung von Brucin neben Chinin 400
Chininhydrochlorid, Titration 18
Chinolinverbindungen, zum Nachweis von Kationen 203
Chinone, Bestimmung mit Chrom(II) 184
Chinoxalin-2,3-dithiol zur Bestimmung von Kobalt und Nickel 287
Chlor, Bestimmung 164; konduktometrische Bestimmung von freiem Chlor 436; Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 288
Chloramin T, Bestimmung 164
Chlorat, Schnellbestimmung in Gegenwart von Perchlorat 410
p-Chlorbenzoesäure, Identifizierung 374
Chlorcyclizin-HCl, R_f-Wert 391
Chlordimethyl-aminopropyl-phenthiazin, Bestimmung 395
Chloressigsäuren, R_f-Wert 361
Chlorid, Bestimmung 46; Bestimmung in Schweiß und Serum 220; in Serum und anderen biologischen Flüssigkeiten 220; Bestimmung von Quecksilber in Gegenwart von Chlorid 269
Chlorit, Bestimmung 164
4-Chlor-3-methylphenol, Bestimmung 364
Chlornitrobenzole, Bestimmung 155
Chlornitrophenole, Abtrennung von Insecticiden 243
Chlornitrotoluole, Bestimmung 155
6-Chloro-carvacrylamin, Verwendung in der Analyse 106
Chloroform, Bestimmung in einer Mischung 39
Chlorophyll, Bestimmung 78; Abtrennung 442; Trennung auf Papier und an Cellulosesäulen 442
Chlorpheniraminmalat, R_f-Wert 391
2-p-Chlorphenyl-3-methyl-2,3-butandiol, Bestimmung 298
Chlorpromazin, Bestimmung 395
Chlorpropionsäure, R_f-Wert 361
4-Chlorresorcin, zur Bestimmung von Zink in biologischem Material 219
Chlorsäure, zur Bestimmung von Phospholipoiden und Gesamtphosphor im Serum 222
Chlorthion, Analyse 243
Cholestenon, Bestimmung 305
Cholesterin, Bestimmung 155; in Eipulver 371; im Wollfett 300; in Kosmetika 78; im Serum 236; im Serum von Fingerspitzenblut 156
Cholesterinester, Bestimmung im Serum von Fingerspitzenblut 156
Cholesteringruppe, papierchromatographische Prüfung von Steroiden der Cholesteringruppe 157
Cholin, Bestimmung 458
Cholinchlorid, Titration 19
Chrom, Bestimmung 199; Titration 44; Abtrennung mit Ionenaustauschern 287; Bestimmung in Titan 382; in Kohlen 179; Einfluß auf die Nickelbestimmung 58
Chromat, Titration 44
Chromatographie siehe Papierchromatographie
Chromotropblau, Verwendung in der Analyse 106
Chromotropfarbstoffe, Verwendung in der Analyse 106
Chromotropsäure, analytische Verwendung der Azoderivate 105
Chrom(II)-Salze, analytische Studien 184
Chromsäure, zur Oxydation von Carbonsäuren in der Fett- und Seifenindustrie 32
Chronopotentiometrie, Anwendungen 200
Cinnamylhydroxamsäure zur Trennung von Niob und Tantal 56
Citrat bei komplexometrischen Bestimmungen 199; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Citronenöl, Untersuchung 206
Citronensäure zur Bestimmung von Molybdän 56; Bestimmung 39; Mikrobestimmung 130
Citrusfrüchte, Bestimmung von Diphenyl 374
Clupea harengus, Bestimmung von Zucker in der Skelettmuskulatur 238

Cobalamine, Trennung an Ionenaustauschersäulen 138
Codein, Bestimmung 398, 399; Bestimmung von Brucin neben Codein 400
Coffein, Bestimmung 398; Titration 19; Bestimmung in Gegenwart von Antipyrin und Phenacetin 301
Colamin, R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Colorimetrie, Densitometer zur colorimetrischen Untersuchung gleichmäßiger chromatographischer Flecken 42
Corbasil, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Cortisol, Bestimmung in Nebennierenextrakten oder in Blut 305
Cortison, Bestimmung in Nebennierenextrakten und im Blut 305
Cotarnin, Bestimmung 399
Crotonaldehyd, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
m-Cumarinsäure, Bestimmung im Urin 148
Cyan, Bestimmung in Kokereigasen 378
Cyanatkomplex zur Bestimmung und Abtrennung von Kobalt 160
Cyanide, Bestimmung in Gemischen 423
Cyclohexanol, Bestimmung von Schwefelspuren 211
Cyclohexanon, Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
Cystein, Halbmikrobestimmung 459; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Cystin, Bestimmung 227; turbidimetrische Bestimmung 459; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Cytidinphosphatide, Abtrennung 312

DDT, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Decanal, R_f-Wert 128
n-Decylbenzol, Identifizierung 296
6-Decyl-1,2,3,4-tetrahydronaphthalin, Identifizierung 296
Dehydracetsäure, Identifizierung 374
Dehydroepiandrosteron, R_f-Wert 306
Densitometer zur colorimetrischen Untersuchung unregelmäßiger chromatographischer Flecken 42
Derivativ-Titrationsgerät für potentiometrische Titrationen bei konstanter Stromstärke 42
Deserpidin, Identifizierung 399
Desoxycytidin, Nachweis 312
Desoxycytidylsäure, Nachweis 312
11-Desoxy-17-ketosteroide, Bestimmung im Harn 307
Desoxyribonucleinsäure, Bestimmung in tierischen Geweben 316; Bestimmung in Wurzelspitzen vor und nach Kälteeinwirkung 316
Desoxyribotide, Nachweis 312
Desoxyuridin, Nachweis 312
Deuterium, Bestimmung in Wasserstoffverbindungen 46; in Alkoholen und Produkten der Fischer-Tropsch-Synthese 447
Deuteriumoxyde, Bestimmung in Wasser 62
Diabetiker, Bestimmung von Brenztraubensäure im Blut 152
$\Delta^{20,(22),23}$-3α,6α-Diacetoxy-24,24-diphenylcholadien, Infrarotspektrum 92, 93
Δ^{23}-3α,6α-Diacetoxy-24,24-diphenylcholen, Infrarotspektrum 92
Diacetyldithiobenzhydrazon zur Bestimmung von Kupfer 47
Diäthyläther, Bestimmung 127
Diäthylamin, Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
Diäthyl-Diphenylharnstoff, Bestimmung in Treibmitteln 449
Diäthyldithiocarbaminat zur Bestimmung von Blei in verschiedenen Materialien 401; zur Extraktion von Mangan aus Ceroxyd 387
Diäthylentriamin, Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
Di-(2-äthylhexyl)-sebacat, Bestimmung 293
Diäthylparathion, Nachweis in Mischungen 218
N,N′-Dialkylaniline, Nachweis von Verunreinigungen 213
Dialkyldithiophosphorsäuren zur Abtrennung von Cadmium 51
Disalkylsulfide, Trennung und Identifizierung 292
1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure zur Bestimmung von Kupfer mit Murexid als Indicator 261
Diaminopimelinsäure, Bestimmung in Bakterienhydrolysaten 460
o-Dianisidin zur Bestimmung von Cer(IV) neben Eisen(III) und Lanthan(III) 329; Bestimmung 200
1,1′-Dianthrimid zur Bestimmung von Bor 440
Diantipyrylmethylmethan zur Bestimmung von Zink 50
Diaryldithiophosphorsäuren zur Abtrennung von Cadmium 51
Diastase, Nachweis im Schweiß 240
Dibenzyl-äthylendiamin-dipenicillin, Bestimmung 396
2,4-Dibromphenol, Bestimmung 364
Dibutylphthalat, Bestimmung 448, 449
Dicillin, Bestimmung 396

Dieldrin, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Diene, Infrarotmessungen an konjugierten Dienen 92
2,5-Diformylfuran, Bestimmung 464
2,5-Difurfuraldehyd, Bestimmung 464
Digitalisglykoside, Bestimmung 300
Digitoxigenin,Extinktionskoeffizient301
Digitoxin, Extinktionskoeffizient 301
Diglyceride, Bestimmung 451
5,7-Dihydroxy-methylcumarin, Bestimmung im Urin 148
Diisopropyläther, Bestimmung 127
Dijodtyrosin, Abtrennung jodierter Tyronine 460
Dimercaptol, Trennung von 1,2,3-Trimercaptopropan 389
3,3′-Dimethoxybenzidin, Verwendung in der Analyse 106
p-Dimethylamino-anilin, Verwendung in der Analyse 106
p-Dimethylaminobenzaldehyd, Farbreaktion mit mehrwertigen Phenolen 161; Reaktion mit Sulfanilyl-n-butylcarbamid 394
p-Dimethylaminobenzol, Verwendung in der Analyse 106
Dimethylaminobenzylidenrhodanin, Sauerstoff-„wert“ 341
n-Dimethylanilin, Analyse 200
Dimethylparathion, Nachweis in Mischungen 218
2,4-Dimethylphenol, Bestimmung 364
Dimethylphenylcarbinol, Bestimmung 128
Dimyristoyllecithin, Abtrennung 223
3,5-Dinitrobenzoesäure zur Bestimmung von Thujon 299; Farbreagens auf 1-Piperiton 300
Dinitrobenzol, Bestimmung 155
2,4-Dinitrodiphenylsulfon, Farbreagens auf Digitalisglykoside 300
Dinitrophenole, Bestimmung 187
3,5-Dinitrosalicylat, zur Bestimmung von Glucose und Maltose 131
Dinitrotoluol, Analyse 215; Bestimmung 155; Nachweis von Verunreinigungen 214
Dioleoyllecithin, Abtrennung 223
3α,6α-Dioxy-pregnan-20-on, Infrarotspektrum 93
Diphenhydramin-HCl, R_f-Wert 391
Diphenyl, Abtrennung 296; Bestimmung in Citrusfrüchten 374
Diphenylamin, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200; Bestimmung in Treibmitteln 449
s-Diphenylcarbazon, Bestimmung von Chloriden 220
Diphenylthiocarbazon, bei der Titration von Metallen 50
Diphosphainositid, Abtrennung 223
Diphosphat, Bestimmung in Mischungen 432
Diphosphatide, Abtrennung 312
Diphosphofructose-Aldolase, Nachweis bei Grünalgen 159
Diphosphopyridinnucleotid, Bestimmung 313; Abtrennung 312
Dipikrylaminate zur Fällung von Caesium 278
Di-n-propyltetrabromophthalat zur Trennung von Xylolen 363
Di-n-propyltetrachlorophthalat zur Trennung von Xylolen 363
α,α′-Dipyridyl bei der Bestimmung von Uran mittels aktiver Reaktion 285
2,2′-Dipyridyl, Komplexe mit Eisen-(III) 436
Disaccharide, Trennung 296; Untersuchung fructosehaltiger Disaccharide 131
Distickstoffoxyd, gaschromatographische Abtrennung 40
4,4′-Disubstituiertes Dipyridyl zur Bildung von Eisen(III)-komplexen 436
o-Dithiole, Verwendung in der qualitativen Analyse 202
Dithionat, Bestimmung und Abtrennung 435
Dithizon bei der Titration von Metallen 50; Indicator zur Phosphattitration mit Bleiacetat 439
1,2,3,4,5,6,7,8,13,14,15,16-Dodecahydrochrysen, Identifizierung 296
Dodecanal, R_f-Wert 128
Dolcentol, papierchromatographisches Verhalten 298
Doppelbindungen, Nachweis in Fetten 78
Doxylaminsuccinat, R_f-Wert 391
Dragendorff-Reagens zum Nachweis der Sympathicomimetica 393
Drogen, Bestimmung des Tanningehaltes 365
Dryopteris filix mas, Auftrennung von Flavaspidinsäure, Filicinsäure, Albaspidin und Filicininsäure 443
Düngemittel, Bestimmung von Kalium 389
Düngesalze, Bestimmung von Wasser in anorganischen Düngesalzen 271
Dunaliella parva, Trennung verschiedener Chlorophylle 442
Dysprosium, Bestimmung 284

E 600, Analyse 242
E 605, Analyse 242; Bestimmung in

Luft, Staub und gefärbtem Material 217; auf Obst und Gemüse 139
Echtrotsalz B, zur Bestimmung von Calcium im Serum 142
Edelmetallionen, papierchromatographische Trennung 199
Edestinsubstratlösung bei der Bestimmung von Pepsin im Harn 239
Effortil, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Eipulver, Untersuchung 371
Eisen, papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Bestimmung 199; Abtrennung an der Silicagel-Säule 266; Abtrennung mit Ionenaustauschern 287; Bestimmung neben Aluminium 204; Trennung von Titan und Aluminium 42; Bestimmung in Titan 382; in Zirkonium 382; in Rotguß und Bronzen 379; Titration von Fe^{II} und Fe^{III} nebeneinander in Erzen und Agglomeraten 69; Bestimmung in Pflanzenaschen 441; im Serum 147, 454; Einfluß auf die Schwefelbestimmung 433; Bestimmung von Kohlenstoff 383; von Blei 401; von Kobalt 384
Eisen(II), Titration mit Vanadat 1
Eisen(III), Reaktion mit Uran(IV) 285; Komplexe mit 2,2′-Dipyridyl und seinen 4,4′-disubstituierten Derivaten 436; Trennung von Thorium und Cer(III) 42; von Thorium und Uran 42; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 333; Bestimmung von Cer(IV) neben Eisen(III) 329
Eisencarbide, Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs neben Graphit 65
Eisenionen, Bestimmung von Phosphationen neben Eisenionen 355
Eisenlegierungen, Bestimmung von Kohlenstoff 383; Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel 383
Eisen(III)-verbindungen, Verhalten in chloridhaltigen Verteilungssystemen 110
Eiweiß, Bestimmung in Algenprotein 235; in Gewebskulturen 315; in Cerebrospinalflüssigkeiten und Urin 235; in Liquor cerebrospinalis 462; Nachweis von Aminogruppen 233
Eiweißhydrolysate, papierelektrophoretische Untersuchung 228; Trennung der Aminosäuren 226
Eiweißstoffe, alkalische Hydrolyse zur Bestimmung jodhaltiger Eiweißstoffe 462
Elaidinsäureamid, R_f-Wert 294
Elektrochromatographie bei der Untersuchung von Ionen 182
Elektrometrische Titrationen 200
Elektron, Bestimmung von Zink 50
Elektronenbeugung zur Bestimmung ferromagnetischer Beimengungen in austenitischem Stahl 193
Elektrophorese, Kontrolle der Elektrophorese in Agargel 140; siehe auch Papierelektrophorese
Elementaranalyse, Nomogramm zur Berechnung 124; Mikromethoden 288; Bestimmung von Deuterium in Wasserstoffverbindungen 46; von C und H in pyrophoren und hygroskopischen Verbindungen 121; von C, H, N, O, S und Halogen in organischen Verbindungen 121; von N, S und Halogenen in organischen Verbindungen 122; von Phosphor in organischen Verbindungen 123; von Antimon in organischen Antimonverbindungen 288; Verbrennungsrohr zur Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 123; Bestimmung von Sauerstoff in organischen Substanzen 336; Schwefelbestimmung durch Verbrennung 288; Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 124; von Chlor in siliciumhaltigen Verbindungen 288; von Jod und Brom 289
Elemente, Trennung durch Extraktion mit leichtschmelzenden organischen Stoffen 203
Emaille-Porzellan-Fritten, Bestimmung von Fluor 388
Emetin, Bestimmung von Brucin neben Emetin 400
Enzyme, Mikrobestimmung mittels Konstanthaltens des p_H-Wertes 238; Nachweis und Bestimmung des Kohlenhydratstoffwechsels in Grünalgen 159
Ephedrin, R_f-Wert und Farbreaktion 392; Bestimmung von Brucin neben Ephedrin 400
Ephedrinhydrochlorid, Titration 19
Epi-Androsteron, R_f-Wert 306
Epinephrin, Bestimmung 393; in Urin 303, 463
Erbium, Bestimmung 53, 284
Erdalkalimetalle, Trennung von Schwermetallen 49
Erdalkalipikrate zur Isolierung von L-Phenylalanin aus Proteinhydrolysaten 231
Erdölfraktionen, Bestimmung von Wasser 445

Erdöl-Paraffin, Bestimmung in Aerosolen der Atmosphäre von Industriebetrieben 375
Ergometrin, Bestimmung von Brucin neben Ergometrin 400
Ergosterin, Bestimmung von Vitamin D in öligen Lösungen von bestrahltem Ergosterin 208
Eriochromblau SE zur Bestimmung von Calcium im Serum 142
Eriochromschwarz A, Reagens zur Bestimmung von Kobalt in Gegenwart von Nickel 8
Erythrit, Abtrennung von Glycerin 76
Erze, Bestimmung verschiedener Metalle 197; von Kupfer 385; von Cu, Pb und Zn 67; von Zirkonium 197; von Niob 386; Titration von Fe^{II} und Fe^{III} nebeneinander 69; Trennung von Kobalt und Nickel 69
Essigsäure, R_f-Wert 361; Bestimmung 39; in Teig- und Backwaren 370; Bestimmung von Schwefelspuren 211; R_f-Werte halogenierter Essigsäuren 361
Essigsäureanhydrid, Medium für Säure-Base-Titrationen 16; Bestimmung von Schwefelspuren 211
Essigsäure-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299
Ester niederer Fettsäuren, Nachweis in ätherischen Ölen 299
Esterase, Nachweis 317
Estercarbonylgruppen, Bestimmung im Infrarot 93
Eudialit, Untersuchung auf Zirkonium 55
Eukalyptusöle, Bestimmung von 1-Piperiton 300
Europium, Bestimmung 284
Eusintomycin, Bestimmung 297

Farbbänder, Untersuchung 319
Farbstoffe, Identifizierung von synthetischen wasserlöslichen Farbstoffen aus künstlich gefärbten Lebensmitteln 366; Bestimmung von Teerfarbstoffen im Wein 367; des Pökelfarbstoffes in Frischfleisch 371; papierchromatographische Untersuchung saurer Wollfarbstoffe 215; Bestimmung in Lippenstiften 78
Ferrohämoglobin-Löslichkeitstest, Genauigkeit und Werte in Anwesenheit abnormaler Hämoglobine 309
Ferromanganschlacken, Untersuchung 45
Ferromagnetische Beimengungen, Bestimmung in austenitischem Stahl 193
Fette, Bestimmung der Peroxydzahl von Speisefetten 135; von Carbonylverbindungen in oxydierten Fetten 78; Bestimmung von Gossypol 451
Fettsäure-Alkanolaminkondensate, Bestimmung in Haarwaschmitteln 452
Fettindustrie, Anwendungsmöglichkeiten verschiedener Spektralphotometer 78; Charakterisierung der Carbonsäuren durch Oxydation mit Chromsäure 32
Fettsäureamide, papierchromatographische Trennung 294
Fettsäureester, Nachweis in ätherischen Ölen 299
Fettsäuren, Nachweis ungesättigter Fettsäuren 297; Bestimmung 34; rundfilterchromatographische Untersuchung langkettiger Fettsäuren 222; Bestimmung in Haarwaschmitteln 452; Bestimmung in Blutserum 456; Trennung im Blutserum 147; Bestimmung im menschlichen Plasma 457; Bestimmung von Gossypol 451
Feuchtigkeit, Bestimmung in wärmeempfindlichen Material 75; in Eipulver 371; siehe auch Wasser
Filicininsäure, Abtrennung aus Extrakten von Dryopteris filix mas 443
Filicinsäure, Abtrennung aus Extrakten von Dryopteris filix mas 443
Filtrierpapiere, physikalische, chemische und strukturelle Eigenschaften 41
Fingerspitzenblut, Bestimmung von Cholesterin und Cholesterinestern im Serum 156
Fischer-Tropsch-Synthese, Bestimmung von Alkoholen in Produkten 447
Fischkonserven, Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Flammenphotometrie, Perchlorylfluorid und Wasserstoff als Brennergas 38
Flavaspidinsäure, Abtrennung aus Extrakten von Dryopteris filix mas 443
Flavinadenindinucleotid, Bestimmung 308
Flavine, Trennung aus Mikroorganismen 308
Flavinmononucleotid, Bestimmung 308
Fleisch, Bestimmung des Pökelfarbstoffes in Frischfleisch 371
Fleischfett, Identifizierung flüchtiger Carbonylverbindungen 368
Fleischkonserven, Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Flotationstrüben, Bestimmung von Stärke 444
Fluor, Untersuchung 106; Fehler bei Bestimmung kleiner Fluormengen

436; Bestimmung in Porzellan-Emaille-Fritten 388
Fluoranthen, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
Fluorescein, Bestimmung 198, 199
Fluoresceinfarbstoffe, Bestimmung in Lippenstiften 78
Fluorescenzindicatoren, Kleie-Extrakt bei Säure-Base-Titrationen 43
Fluorid, Komplexbildner bei ÄDTA-Titrationen 200; Bestimmung 45; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Fluorionen, Bestimmung von Phosphationen neben Fluorionen 355
Fluorkohlenstoffverbindungen, Gas-Flüssigkeits-Verteilungschromatographie 293
Flußmittel, Bestimmung von Kieselsäure 438
Flußsäure, Bestimmung in roter rauchender Salpetersäure 71
Folin-Reagens zum Nachweis der Sympathicomimetica 393
Forensische Chemie, Überblick über die chromatographischen Methoden 319; polarographische Mikro-Bestimmung von Arsen 319; Trennungsgang für giftige organische Stoffe, Pflanzenbasen und Stoffwechselprodukte 319; Isolierung von Barbituraten aus Organmaterial 320
Formaldehyd, Bestimmung 359; Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
Formalin, Bestimmung von Formaldehyd und Polyoxymethylenen 359
Formiate, Bestimmung 130
5-Formylfuransäure, Bestimmung 464
Frauen, Verteilung der 17-Ketosteroide im Harn gesunder und krebskranker Frauen 306; Bestimmung von 11-Desoxy-17-ketosteroiden im Harn adrenalektomierter Frauen 307
Frischfleisch, Bestimmung des Pökelfarbstoffes 371
Fritten, Bestimmung von Fluor in Porzellan-Emaille-Fritten 388
Fruchtsäfte, Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Fructose, Abtrennung 363; Bestimmung in Pflanzen 442
Fructosehaltige Disaccharide, Untersuchung 131
Füllstoffe, Bestimmung in Lippenstiften 78
Fumarsäure, Bestimmung 39
Furacin, Analytik 301
Furan-3-carbonsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80

Gadolinium, Bestimmung 284
Gadus Callarias, Bestimmung von Zukker in der Skeletmuskulatur 238
Gärmasse, Bestimmung von Gibberellinsäure 443
Galaktosamin, Bestimmung mittels Bäckerhefe 295
Galaktose, Abtrennung 363
Gallate, Analyse 215
Gallium, Bestimmung in Uranoxyd 68; in Kohlen 179
Gallussäure, Reaktion mit Methylenblau 364
Gase, Bestimmung im Stahl 64; Bestimmung von Kohlenmonoxyd 377
Gasanalyse, moderne Methoden 206
Gaschromatographie, Trennwirkung verteilungschromatographischer Säulen 40; Verwendung zur Trennung von verschiedenen Gasen 40
Gasgemische, Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 376
Gasöl, Untersuchung von aromatischen Verbindungen in Gasölfraktionen 73
Gefärbtes Material, Bestimmung von Methyl-E 605 und E 605 217
Gehirn, Trennung und Bestimmung von Nucleotiden 313
Gemüse, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Gentobiose, Trennung von Isomaltose 296
Gerbstoffe, Nachweis von Phenolsulfosäuren in synthetischen Gerbstoffen 219
Germanium, Untersuchung 106; Bestimmung mit Molybdänblau 285; Bestimmung in Uranoxyd 68; in Kohlen 179; Bestimmung von Kobalt in Germanium 210
Gesamtschwefel, Bestimmung in Uranerzen 68
Gesteine, Bestimmung von Kobalt 440
Gewebe, Bestimmung von Kupfer und Zink 453; von Sulfhydrylgruppen 220; von Aminosäuren in Säugetiergeweben 224; Untersuchung von Aminosäuren an sulfoniertem Polystyrolharz 225; Nachweis von Aminogruppen im Eiweiß frischer Gewebeschnitte von Bohnenkeimblättern 233; Bestimmung von Desoxyribonucleinsäure 316; Bestimmung von Phosphatestern, Succinat und Lactat 457
Gewebsextrakte, Bestimmung von Phosphatestern, Succinat und Lactat 457

Gewebskulturen, Bestimmung von Gesamteiweiß und Nucleinsäuren 315
Gibberellinsäure, Bestimmung in der Gärmasse 443
Gitoxigenin, Extinktionskoeffizient 301
Gitoxin, Extinktionskoeffizient 301
Globuline, Bestimmung 461
Glucosamin, Bestimmung mittels Bäckerhefe 295
Glucose, Bestimmung 131, 189; Abtrennung 363; Bestimmung in Pflanzen 442; in Blut und Plasma 463
Glucose-6-phosphat-Dehydrogenase, Nachweis bei Grünalgen 159
α-Glucosidase, Nachweis im Schweiß 240
Glutamin, Bestimmung 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Glutamin-Brenztraubensäure, Bestimmung der Serumtransaminase 317
Glutamin-Oxalessigsäure, Bestimmung der Serumtransaminase 317
Glutaminsäure, Bestimmung 227; im Liquor Cerebrospinalis 223
L-Glutaminsäure, R_f-Wert 226
Glutaminsäure-Oxalessigsäure-Transaminaseaktivität, colorimetrische Bestimmung 160
Glutarsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Glutathion, Bestimmung von reduziertem Glutathion 460
Glyceride, Bestimmung von Di-, Tri- und Monoglyceriden 451
Glycerin, Abtrennung aus Polyalkoholgemischen 76; Bestimmung in Blut und Serum 236
L-α-Glycerinphosphat, Bestimmung im Gewebe 457
Glycin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Glycinthymolblau als Indicator 47
Glykoalkaloide des Solaninkomplexes, Trennung 303
Glykogen, Bestimmung in der Leber 154
Glykokoll, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Glykolaldehyd, Bestimmung 152
Glykole, Bestimmung 447
Glykolsäure, Identifizierung 374; Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Glykolstearyllecithin, Abtrennung 223
Gold, Abtrennung 49, 199; Bestimmung in Uranoxyd 68
Gossypol, Bestimmung 78; Bestimmung in Fetten, Ölen und Fettsäuren 451
Graphit, Bestimmung von Kohlenstoff neben Graphit 65
Grünalgen, Bestimmung und Nachweis einiger Enzyme des Kohlenhydratstoffwechsels 159
Guanin, Bestimmung 198
Guanosindiphosphat, Bestimmung 313
Guanosindiphosphatmannose, Abtrennung 312
Guanosinmonophosphat, Bestimmung 313
Guanosinphosphatide, Abtrennung 312
Guanosintriphosphat, Bestimmung 313
Gußeisen, Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs in Gußeisen 64

H-Säure, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200
Haarwaschmittel, Analyse 452
Hämoglobin, elektrophoretische Analyse 310; Nachweis der Katalase- und Peroxydaseaktivität 318; Ferrohämoglobin-Löslichkeitstest in Anwesenheit abnormaler Hämoglobine 309
Hämolympheproteine, Bestimmung in Insektenlarven 462
Hafnium, Untersuchung 106; Bestimmung in Erzen und Mineralien 197
Halogenate, Bestimmung 46; ascorbinometrische Bestimmung 164
Halogene, ascorbinometrische Bestimmung 164; Bestimmung in organischen Verbindungen 121, 122, 124; Bestimmung von Spuren in flüchtigen organischen Flüssigkeiten 211
Halogenessigsäuren, Identifizierung 374
Halogenide, Bestimmung in verdünnter Lösung 435
Halogenite, ascorbinometrische Bestimmung 164
Harn, Trennung der 17-Ketosteroide 306; Verteilung der 17-Ketosteroide 306; Trennung von 17-Ketosteroidkonjugaten 157; Isolierung von Δ^4-Pregnen-11β,17α,20α,21-tetrol-3-on 158; Bestimmung von 11-Desoxy-17-ketosteroiden 307; Bestimmung von Pepsin 239; siehe auch Urin
Harnsäure, Bestimmungsmöglichkeiten 150
Harnsäurederivate, Bestimmung in Plasma 311; im Urin 312
Harnstoff, Bestimmungsmöglichkeiten 150; Mikrobestimmung in biologischen Flüssigkeiten 149; Bestimmung im Blut 150; in Arginasepräparaten 458
Hefe zur Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin nebeneinander 295; Bestimmung biogener Amine 151; von Phosphorsäureestern 314; von Vitamin D in bestrahlten Hefen 208

Hemimellithsäure, Abtrennung 134
Heptachlor, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Heptanal, R_f-Wert 128
n-Heptyl-methylketon, Abtrennung 360
Hering, Bestimmung von Zucker in der Skelettmuskulatur 238
Hexachlorcyclohexan, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Hexacyanoferrat(II) zur Trennung von Zink und Cadmium 281; Bestimmung 205
Hexacyanoferrat(III), ascorbinometrische Bestimmung 164
n-Hexadecan, Bestimmung 293
Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin, Analyse 215
Hexan, Bestimmung in einer Mischung 39
n-Hexan, Abtrennung 40
Hexanal, R_f-Wert 128
Hexantriol, Abtrennung von Glycerin 76
Hexogen, Analyse 215
Hexokinase, Bestimmung 239
Hexosen, photometrische Bestimmung proteingebundener Hexosen 237
n-Hexyl-methylketon, Abtrennung 360
Histamin, R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Histidin, polarographische Untersuchung der Komplexe mit Co^{II} und Co^{III} 437; Bestimmung 227, 230; turbidimetrische Bestimmung 459; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
L-Histidin, Bestimmung in Urin 460
Holmium, Bestimmung 284
Holzhydrolysate, Bestimmung reduzierender Zucker 73
Hormone, Bestimmung der oestrogenen Hormone auf Grundlage des Kober-Testes 307
Hydrochinon, reduktometrisches Reagens in der Maßanalyse 43; Reaktion mit Methylenblau 365; Bestimmung 449
Hydrodictyon reticulatum, Nachweis einiger Enzyme des Kohlenhydratstoffwechsels 159
Hydroxamsäuren zur Trennung von Niob und Tantal 56; bei der Bestimmung von Carbonsäurederivaten 360
Hydroxyäthyltheophyllin, Titration 19
11-Hydroxyandrosteron, R_f-Wert 306
p-Hydroxybenzalhydantoin, Bestimmung im Urin 148
p-Hydroxybenzoesäure, Identifizierung 374
Hydroxybenzoesäuren, Bestimmung in Gemischen 365
8-Hydroxychinolin, Abtrennung 364
2-Hydroxy-5-chloraniline, Verwendung in der Analyse 106
Hydroxydiphenyl, Sauerstoffgehalt 341
p-Hydroxydiphenyl, Bestimmung 364
4-Hydroxy-3,5-disulfo-2-arsanilsäure, Verwendung in der Analyse 106
Hydroxylamin, zur Bestimmung von Acetylcholin in der Pharmazie 390
Hydroxylphenyl-benzo-γ-pyrone als Reagentien auf Chinasäure 135
2-Hydroxy-3-nitro-5-aminobenzol, Verwendung in der Analyse 106
Hydroxyprolin, Bestimmung 232, 233; Nachweis neben Prolin 232; Bestimmung in der Leber 233
Hydroxypyruvat, Bestimmung 152
Hydroxy-sulfanilsäuren, Verwendung in der Analyse 106
Hyoscyaminhydrobromid, Titration 18
Hypobromit, Bestimmung 164
Hypochlorit, Bestimmung 164
Hypohalogenite, ascorbinometrische Bestimmung 164

5-Imino-3-thion-1,2,4-dithiazolidin, Farbreaktion mit Vitamin K_1 139
Impedanzänderungen zur Auswertung von Papierchromatogrammen 197
Indicatoren, Dithizon als Indicator bei der Titration von Metallen 50; Phthalocyanine als Oxydations-Reduktionsindicatoren 1; Omega Chrome Fast Blue 2 G als Metallindicator 98; Kleie-Extrakt als Fluorescenzindicator 43
Indicatorröhren zur Bestimmung von Stickoxyden in der Luft 61
Indium, Leitelement bei der spektralanalytischen Bestimmung von Spurenelementen 179; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Abtrennung 55; Bestimmung in Zink und Zinklegierungen 381; in Mazak-Legierungen 381; in Uranoxyd 68
Industriebetriebe, Bestimmung von Aerosolen von Paraffin und Ceresin 375
Industrieöl, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 72
Infrarotanalyse organischer Verbindungen 90
Inosinmonophosphat, Bestimmung 313
Inosithexanitrat, Bestimmung 391
Insecticide, Bestimmung kleiner Mengen in Luft, Stäuben und gefärbtem Material 217
Insecticidrückstände, Bestimmung auf Obst und Gemüsen 139

Insektenlarven, Bestimmung der Hämolympheproteine 462
Inulin, Bestimmung im Blut und Urin 463
Invenol, Analytik 394
Invertzucker, Bestimmung 191
Ionen, elektrochromatographische Untersuchung 182; Trennung durch Verdrängung an Ionenaustauschern 199
Ionenaustauscher zur Trennung mehrerer Ionen 199; Verwendung in der Papierchromatographie 41
Ionenaustauscherchromatographie von Aminosäuren, Bedeutung der Größe der Austauscherteilchen 223
Iridium, Abtrennung 59, 199; Abtrennung von Rhodium 60, 437
Iridiumraffinate, Bestimmung von Metallen 66
Isatin, Sauerstoffgehalt 341
Isoandrosteron, R_f-Wert 306
Isobuttersäure-eisen(III)-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299
Isobutyl-methylketon, Abtrennung 360
Isochlorthion, Analyse 243
Isoleucin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Isomaltose, Trennung von Gentobiose 296
Isomeres Chlorthion, Analyse 243
Isopropanol, Bestimmung 127; Bestimmung in Nagellacken 452
Isopropylbenzol, Bestimmung von Phenol 447
Isovaleriansäureeisen(III)-hydroxamat-Komplex, R_f-Wert 299

Jobsche Methode zur Auswertung von Analysen 416
Jod, Bestimmung 164; in organischen Verbindungen 289; in Milch 206; in Meerkohl 442; des eiweißgebundenen Jods in Plasma 145; Bestimmung in Serum und Tränenflüssigkeit 146
Jodat, Bestimmung 164
Jodid, Nachweis 202; Bestimmung 46, 205
Jodionen, Reaktion mit tertiären Butylperestern 129
Jodmonochloridlösung als Maßflüssigkeit 205
Jodoform, Bestimmung 129
Jodthyroninpräparate, Untersuchung 304

Kabeljau, Bestimmung von Zucker in der Skelettmuskulatur 238
Kälteeinwirkung, Bestimmung von Desoxyribonucleinsäure in Wurzelspitzen vor und nach Kälteeinwirkung 316
Kakaobutter, Nachweis von Palmsamenfetten 368
Kalium, Bestimmung 278; Abtrennung an Ionenaustauschern 199; Bestimmung in Wein 367; in Kochsalz 66; in mineralischen Düngemitteln 389; im Serum 453
Kaliumbromid, Titration 23
Kaliumchlorid, Titration 23
Kaliumcyanidlösung zur Titration von Quecksilber(II)-chlorid 52
Kaliumhexacyanoferrat(III) zum Nachweis der Sympathicomimetica 392
Kaliumjodid, Titration 23
Kaliummanganat, Verwendung in der quantitativen Analyse 430
Kaliummetastannatlösung zur Bestimmung von Calcium in Milch und Molke 370
Kataloseaktivität, Nachweis in Hämoglobin 318
Kationen, Nachweis mit kristallinen Chinolinverbindungen 203; papierchromatographischer Transport in rein wäßrigen Laufmitteln 41; Trennung an der Silicagel-Säule 264
Kationengemische, Trennung auf mit Ionenaustauscher imprägniertem Papier 41
Kel-F Nr. 90-Fett, Bestimmung 293
Kel-F-Säure 8114, Bestimmung des Äthylesters 293
Kephalin, Trennung von Gemischen 223
Kerosin, Bestimmung von Tributylphosphat 212
11-Ketoätiocholanolon, R_f-Wert 306
Ketone, Trennmöglichkeiten an Ionenaustauschersäulen 359; Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
α-Ketoglutarsäure, Bestimmung 39
Ketogruppen, Bestimmung im Infrarot 93, 94
17-Ketosteroide, Trennung und Verteilung im Harn 306
17-Ketosteroidkonjugate, Trennung im Harn 157
Kieselsäure, Mikrobestimmung von aktiver und inaktiver Kieselsäure 54; photocolorimetrische Bestimmung in Flußmitteln 438
Kinder, Bestimmung von Aminosäuren im Urin 229
Kirschen, Bestimmung von Insecticidrückständen 139

Kjeldahl-Destillation, Ersatz von Säure in der Vorlage durch Wasser 28
Kleie-Extrakt als Fluorescenz-Indicator bei Säure-Base-Titrationen in wäßriger Lösung 43
Klinik, Bedeutung der Bestimmung freier Aminosäuren im Liquor Cerebrospinalis 223
Kobalt, Farbreaktion 100; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Untersuchung 106; papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels kristalliner Chinolinverbindungen 203; Bestimmung und Nachweis 57; polarographische Untersuchung der Histidinkomplexe von zwei- und dreiwertigem Kobalt 437; Bestimmung mit Chinoxalin-2,3-dithiol 287; Abtrennung 57; Abtrennung mit Ionenaustauschern 287; Trennung von Kupfer 203; von Nickel in Anionenaustauschern und photometrische Bestimmung 160; Bestimmung in Gegenwart von Nickel 8; Bestimmung in Titan 382; in metallischem Wismut 210; in Eisen und Stahl 384; Trennung von Nickel bei der Analyse von Erzen und Legierungen 69; Bestimmung in Boden und Gesteinen 440; im Boden 70; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Nickelbestimmung 58
Kochsalz, Bestimmung von Kalium 66
Kohlen, Bestimmung verschiedener Metalle 179
Kohlendioxyd, gaschromatographische Abtrennung 40; Bestimmung im Stahl 64
Kohlenhydratanteil, Bestimmung in Serumeiweißfraktionen 237
Kohlenhydrate, Bestimmung mit Chrom(II) 184; Trennung an Kokosnußkohlesäulen 362
Kohlenhydratstoffwechsel von Grünalgen, Nachweis einiger Enzyme 159
Kohlenmonoxyd, gaschromatographische Abtrennung 40; Bestimmung in Gasen 377
Kohlenstoff, Bestimmung in Eisenlegierungen 383; nach Krapp und Tytko in Eisensorten 65; in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 383; in Roh- und Gußeisen 64; neben Graphit in Eisencarbiden 65; Bestimmung in organischen Verbindungen 121, 288; in pyrophoren und hygroskopischen Verbindungen 121
Kohlenstoffgerüste, Berechnung der Zusammensetzung von Petroleumfraktionen aus den Kohlenstoffgerüsten 216
Kohlenwasserstoffe, Nachweis mehrkerniger Kohlenwasserstoffe 132; Nachweis terpenähnlicher Kohlenwasserstoffe 297; Bestimmung 447; colorimetrisch-chromatographische Ultramikroanalyse 446; Bestimmung der Reinheit durch Messung der Erstarrungstemperatur 125; Abtrennung mit Molekularsieben 296; Untersuchung in der säurelöslichen Fraktion des Bodens 70; Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe in Ruß und Rauch 444; in Lippenstiften 78
Kokereigas, Bestimmung von Stickoxyd 378; des Cyangehaltes 378
Kokosnußkohle zur Trennung von Kohlenhydraten 362
Kolonnen, Wirkungsweise gasverteilungschromatographischer Säulen 40
Kolophonium, Bestimmung 34
Komplexbildner bei komplexometrischen Bestimmungen 199
Komplexometrie, potentiometrische Durchführung 199
Kongorot, Bestimmung 187
Konservierungsmittel, papierchromatographische Identifizierung 374
Konzentrate, Bestimmung der Seltenen Erden 197
Kosmetika, Bestimmung von Cholesterin und Lanosterin 78
Kreatinin, Bestimmungsmöglichkeiten 150
Kreosotöle, Untersuchung auf Brenzcatechin 364
Kresole, Bestimmung 445
o-Kresolphthaleinkomplexon zur Bestimmung von Calcium in Blutserum 143
Kunststoffe, Bestimmung des Benzoylperoxydgehaltes 218; von Benzoylperoxyd und Polymethacrylatemulsionen 449; von Salol 449
Kupfer, Verhalten des Kupferthiosemicarbazidkomplexes 47; Fällung als Kupfer(II)-nitroprussiat 279; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Nachweis 201; papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels kristalliner Chinolinverbindungen 203; Untersuchung 106; Bestimmung 183, 199, 280; maßanalytische Bestimmung im Makro- und Mikromaßstab 261; Bestimmung durch Extraktion

47; Bestimmung mit Diacetyldithiobenzhydrazon 47; mit Alizarinrot S 280; mit Natriumthiosulfatlösung 279; Abtrennung von störenden Bestandteilen und komplexometrische Bestimmung 279; Abtrennung 57, 199; an der Silicagelsäule 266; mit Ionenaustauschern 287; Trennung von Zink 48; von Cadmium 42, 202; von Quecksilber 201; von Blei 201; von Arsen 201; Bestimmung neben Antimon und Arsen 48; Trennung von Kobalt 203; Bestimmung in Thunfisch 137; in Reinstzink 380; in Zinn 287; in Rotguß und Bronzen 379; in metallischem Antimon 287; in hochreinem Nickel 287; in Erzen und Anreicherungsprodukten 67, 385; im Boden 70; in Kohlen 179; in Pflanzenaschen 441; in tierischem Gewebe 453; im Serum 454; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Nickelbestimmung 58; Bestimmung kleiner Mengen Silber 280; Nachweis von Cadmium in Gegenwart von Kupfer 202
Kupfer(I), Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203
Kupferkonzentrate, Bestimmung von Kupfer 279
Kupferlegierungen, radiometrische Titration von Silber 380; Bestimmung von Blei 401
Kupfer(II)-nitroprussiat zur Bestimmung von Kupfer 279
Kupfer-Thiosemicarbazidkomplex, polarographisches Verhalten 47
Kynurensäure, Bestimmung in menschlichem Urin 311

Laboratorium, Darstellung von Thioacetamid 201
Lacke, Bestimmung in Lippenstiften 78
Lacklösungsmittel, Bestimmung in Nagellacken 453
Lackproben, Identifizierung 319
Lactat, Bestimmung in Gewebe und Gewebsextrakten 457
Lactose, Abtrennung 363; Trennung von Melibiose 296
Lävulinsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Lanosterin, Bestimmung in Kosmetika 78
Lanthan, Bestimmung 53, 284
Lanthan(III), Bestimmung von Cer(IV) neben Lanthan(III) 329
Laurinsäureamid, R_f-Wert 294
Lauthsches Violett, zur Bestimmung von Ascorbinsäure 372
Lavendelöl, Untersuchung 299
Lebensmittel, Bestimmung von Caesium-137, 366; Identifizierung von wasserlöslichen Farbstoffen 366
Leber, Bestimmung biogener Amine in der Ochsenleber 151; von Hydroxyprolin 233; von Glykogen 154
Leberkranke, Bestimmung von Brenztraubensäure im Blut 152
Leberkrankheiten, Bestimmung des Blutammoniaks 143
Lecithin, Abtrennung 223
Legierungen, Bestimmung von Zink 50; von Niob 208; Trennung von Kobalt und Nickel 69
Legierungsbestandteile, Bestimmung in Titan 381
Leucin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Lichtgrün als Färbemittel bei der Proteinbestimmung durch Papierelektrophorese 154
Limonaden, Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Linolensäure, Bestimmung im Blutserum 147
Linolensäureamid, R_f-Wert 294
Linolsäure, Bestimmung im Blutserum 147
Linolsäureamid, R_f-Wert 294
Lipase, Bestimmung im Urin 318
Lipoide, Nachweis 297; Bestimmung 148; in Eipulver 371; der Gesamtlipoide im Serum 149; Bestimmung von Äthanolamin und Serin 150
Lipoidphosphor, Bestimmung in Eipulver 371
Lipopolysaccharide, Untersuchung langkettiger Fettsäuren 222
Lipoproteide, papierchromatographische Trennung im Serum 149
β-Lipoprotein, Abscheidung aus normalen hyperlipämischen menschlichen Seren 235
Lipoproteine, Bestimmung 148
Lippenstifte, Analyse 78
Liquor Cerebrospinalis, Bestimmung freier Aminosäuren 223; von Gesamteiweiß 462
Lithium, Untersuchung 106; Abtrennung an Ionenaustauschern 199
Lobelin, Bestimmung von Brucin neben Lobelin 400
Lösungen, Betsimmung von Zink 50
Lösungsmittel, Bestimmung von Tributylphosphat in organischen Lösungsmitteln 212; Bestimmung in

Nagellacken 452, 453
Luft, Bestimmung der Stickoxyde mit Hilfe von Indicatorröhren 61; Nachweis mehrkerniger Kohlenwasserstoffe und Phenole 132; Bestimmung von Aerosolen von Paraffin und Ceresin 375; von Aldehyden in Stadtluft 376; von Tetrachloräthan 375; von Aldehyden und Ketonen 376; von Benzanthron 377; von E 605 und Methyl-E 605 217
Luftverunreinigungen, Analyse 61
Lumichrom, Bestimmung 308
Lumiflavin, Bestimmung 308
Lunge, Bestimmung biogener Amine in Ochsenlunge 151
Lutetium, Bestimmung 284
Lysin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
D,L-Lysin, R_f-Wert 226

Magnesium, Farbreaktion 100; Untersuchung 106; photometrische Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration 118; Abtrennung 49; an der Silicagelsäule 266; Bestimmung in Titan 382; spektrographische Bestimmung in Raffinaten 66; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; Bestimmung von Calcium in Gegenwart von Magnesium 281
Magnesiumionen, Bestimmung von Phosphationen neben Magnesiumionen 355
Malathion, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Maleinsäurelösungen, Bestimmung von Benzochinon 135
Malonsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Maltose, Bestimmung 131; Abtrennung 363
Maltulose, Trennung von Nigerose 296
Mangan, Farbreaktion 100; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Abtrennung an der Silicagelsäule 266; mit Ionenaustauschern 287; Bestimmung in Ceroxyd 387; in Titan 382; im Boden 70; in Kohlen 179; in Pflanzenaschen 441; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Nickelbestimmung 58
Manganat, Anwendung in der quantitativen Analyse 430
Mannithexanitrat, Bestimmung 391
Mannose, Abtrennung 363
Margarine, Bestimmung von Sorbinsäure 369; von Vitamin A und Carotin 206; Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Marmeladen, Identifizierung von Konservierungsmitteln 374
Maßanalyse, Fehler des Umschlagstropfens 321
Mazak-Legierungen, Bestimmung von Indium 381
Meerkohl, Bestmmung von Brom und Jod 442
Meerwasser, Bestimmung von Uran 63
Melecitose, Abtrennung 363
Melibiose, Abtrennung 363; Trennung von Lactose 296
Menschen, Bestimmung des Sauerstoffpartialdruckes in der Cerebrospinalflüssigkeit 144; Bestimmung von Fettsäuren im Plasma 457; Abscheidung von β-Lipoprotein aus normalem und hyperlipämischem menschlichem Serum 235; elektrophoretische Analyse des Hämoglobins 310; Bestimmung von Kynuren- und Xanthurensäure im Urin 311; Nachweis von Amylase, α-Glucosidase und Phosphorylase im Schweiß 240
8-Mercaptochinolin, analytische Anwendung 45
Mesitylenaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Messing, Bestimmung von Kupfer 279
Metalle, Trennung von Erdalkali- und Schwermetallen 49
Metallionen, Bestimmung von Phosphationen neben Metallionen 353
Metallspuren, Bestimmung in Fett 78
Metapyrilen-HCl, R_f-Wert 391
Metasystox, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Methan, Bestimmung 447; in Synthesegas 72
Methanal, R_f-Wert 128
Methanol, Bestimmung in Schwarzlaugen 74; Einfluß auf die Bestimmung von Wasserdampf in Stickstoff 62
Methycrylat, Bestimmung 448
Methacrylsäureäthylester, polarographische Untersuchung 448
Methacrylsäureallylester, polarographische Untersuchung 448
Methacrylsäurebutylester, polarographische Untersuchung 448
Methacrylsäuremethylester, polarographische Bestimmung 448

Methionin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure, Bestimmung im Urin 148
Methoxylgruppen, Mikrobestimmung 126
2-Methyl-4-aminopyrimidyl-5-methylensulfonsäure, Bestimmung 138
Methyl-n-amylketon, Abtrennung 360
Methylandrostendiol-dipropionat, Bestimmung 307
n-Methylanilin, Analyse 200
Methylbrenzcatechin, Bestimmung in Kreosotölen 364
Methyl-n-butylketon, Abtrennung 360
Methyl-E 605, Analyse 242; Bestimmung in Luft, Staub und gefärbtem Material 217
Methylenblau, Reaktion mit Phenolen 364
Methylenblaumethode zur Bestimmung von Schwefel 433
Methylester, Bestimmung in Zigarettenrauch 79
2-O-(4-O-Methyl-D-glucopyranosyluronsäure)-D-xylopyranose, Abtrennung 362
4-O-Methyl-D-glucuronsäure, Abtrennung 362
Methylglykolat, Bestimmung im Zigarettenrauch 79
Methylgruppe, Nachweis in Dimethylparathion 218
Methyl-n-heptylketon, Abtrennung 360
Methyl-n-hexylketon, Abtrennung 360
Methyl-isobutylketon, Abtrennung 360; Bestimmung in Luft und Gasgemischen 376
Methyllactat, Bestimmung in Zigarettenrauch 79
Methyl-methacrylat, Bestimmung 449
Methyl-methacrylsäureester, polarographische Untersuchung 448
Methyl-n-nonylketon, Abtrennung 360
Methyl-n-octylceton, Abtrennung 360
Methylorange, Bestimmung 187
Methyl-Parathion, Analyse 242
Methyl-propyl-tetrachlorophthalat, zur Trennung von Xylolen 363
Methylrot, Bestimmung 187
Methylsalicylat, Bestimmung 364
Methylthymolblau, Indicator bei der Trennung von Metallen 48
4-Methylumbelliferon, Bestimmung 364
Mikrobürette für sehr kleine Tropfenvolumina 408
Mikroorganismen, Trennung der Flavine 308
Milch, Bestimmung von Calcium 370; von Jod 206; der Proteide mittels der Xanthoproteinreaktion 370
Milchproteide, Bestimmung mittels der Xanthoproteinreaktion 370
Milchsäure, Bestimmung 39; Bestimmung der Ester im Zigarettenrauch 80
Milchsäure-Dehydrogenase, Nachweis bei Grünalgen 159
Mineralien, Bestimmung verschiedener Metalle 197; Bestimmung der Seltenen Erden 197
Mohrrüben, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Molke, Bestimmung von Calcium 370
Molybdän, Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Bestimmung 199; photometrische Bestimmung 56; komplexometrische Titration 114; Bestimmung in Titan 382; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Molybdän(V), Titration mit Vanadat 1
Molybdänblau bei der Bestimmung von Germanium 285
Molybdänprodukte, Bestimmung von Wolfram 211
Monoalkylanilin, Nachweis 213
Monoallylhydrazodicarbonthioamid zur Fällung von Blei 286
Mononaphthylhydrazodicarbonthioamid zur Fällung von Blei 286
Monocarbonsäuren der Benzolreihe, Abtrennung 134
Monoglyceride, Bestimmung 451
Monoglyceridkonzentrate, gravimetrische Bestimmung nach Auftrennung 451
Monojodtyrosin, Abtrennung jodierter Tyronine 460
Monomere, Bestimmung in Polyoxymethylenen 359
Monophenylhydrazodicarbonthioamid zur Fällung von Blei 286
Monophosphat, Bestimmung in Mischungen 432
Monophosphatide, Abtrennung 312
Monosaccharide, Trennung 362
Morphin, Bestimmung 399; Bestimmung von Brucin neben Morphin 400
Murexid, Indicator bei der komplexometrischen Mikrobestimmung von Kupfer 261
Muschelgift, colorimetrische Bestimmung 320
Muskulatur, Bestimmung von Zucker in der Skelettmuskulatur von Kabeljau und Hering 238
Mutterkorndrogen, papierchromatographische Wertbestimmung 302

Myristinsäureamid, R_f-Wert 294

Nadisan, Analytik 394
Nagellacke, Analyse 452; Bestimmung von Lacklösungsmitteln 453
Naphthaldehyde, Bestimmung in Stadtluft 376
Naphthalin zur Trennung von Elementen 203
Naphthensäuren, Bestimmung 34
Naphthole, Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200
α-Naphthylamin zur Trennung von Elementen 203
Naphthylamine, Verwendung in der Analyse 106; Verhalten bei der Chronopotentiometrie 200
Naphthylaminsulfonsäuren, Verwendung in der Analyse 106
Narcotin, Bestimmung 399
Narcotinhydrochlorid, Titration 18
Natrium, Abtrennung an Ionenaustauschern 199; Bestimmung im Serum 141
Natriumacetat, Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
Natrium-Alizarin-3-sulfonat, zur Bestimmung von Kupfer 280
Natrium-p-aminobenzoat zur Bestimmung von Cadmium 51
Natriumbromid, Titration 23
Natriumchlorid, Titration 23
Natriumhydrogendiglykolat als alkalimetrische Urtitersubstanz 204
Natriummetaphosphat, Bestimmung 55
Natriumnitrat, Analyse 214
Natriumphosphate, Identifizierung mit fokussierender Röntgenkamera 197
Natriumphosphorwolframat zur Bestimmung von Thiamin 137
Natriumtetraphenyloboratlösung zum Tüpfelnachweis von Aminen und deren Salzen 359
Natriumthiosulfatlösung zur Bestimmung von Kupfer 279
Natriumtriphosphat, Bestimmung 55
Natriumvanadat zur Titration von Eisen(II), Uran(IV) und Molybdän(V) 1
Naturstoffe, Bestimmung von Cer 53
Nebennierenextrakte, Bestimmung von Cortison und Cortisol 305
Neodym, Bestimmung 53, 284
Neugeborene, Bestimmung von Bilirubin im Capillarblut 310
Nickel, Farbreaktion 100; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Untersuchung 106; Bestimmung 280; spektralphotometrische Bestimmung 58; Bestimmung mit Chinoxalin-2,3-dithiol 287; Titration 50; Abtrennung 57; an der Silicagelsäule 266; mit Ionenaustauschern 287; Trennung von Kobalt 160; Bestimmung in Rotguß und Bronzen 379; in Titan 382; Abtrennung von Kobalt bei der Analyse von Erzen und Legierungen 69; Bestimmung im Boden 70; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Kobaltbestimmung 14; Bestimmung von Kupfer in Nickel hoher Reinheit 287; kleiner Mengen Silber 280; von Kobalt in Gegenwart von Nickel 8
Nickelblech, Kristallform von gewalztem Nickelblech 196
Nickelelektrolyten, Bestimmung von Zink 438
Nicotin, Bestimmung auf Obst und Gemüse 139
Nicotinsäure, Bestimmung 207; Titration 18
Nicotinsäureamid, Bestimmung 372; Titration 18
Nigerose, Trennung von Maltulose 296
Nigrosin, als Färbemittel für Proteine bei der Papierelektrophorese 154
Ninhydrin zur Bestimmung von Aminosäuren auf Filterpapier 227; zum Nachweis der Sympathicomimetica 392
Niob, Bestimmung 199; Trennung von Tantal 56; spektrophotometrische Bestimmung in Legierungen 208; Bestimmung in Titan 382; in Erzen und Mineralien 197; in Erzen und Aufbereitungsprodukten 386; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 56; Bestimmung von Wasserstoff 383
p-Nitranilin, diazotiertes p-Nitranilin zum Nachweis der Sympathicomimetica 392
Nitrate, Bestimmung in Gemischen 423; Bestimmung in Wasser 254; Bestimmung von Nitrit neben Nitrat in Wasser 258
Nitriersäure, Bestimmung von Stickstoff 76
Nitrite, Bestimmung in Gemischen 423; Bestimmung neben Nitrat im Wasser 258
Nitroacetanilide, Bestimmung 155
Nitroaniline, Verwendung in der Analyse 106; Bestimmung 187

Nitroanisole, Bestimmung 155
4-Nitro-2-arsanilsäure, Verwendung in der Analyse 106
Nitrobenzaldehyde, Bestimmung 187
Nitrobenzol, Bestimmung 155
Nitrobenzolsulfochloridlösung zur Identifizierung organischer Sulfide 292
Nitrocellulose, Analyse 215; Bestimmung von Stickstoff 76
Nitrodiphenyle, Bestimmung 155
5-Nitro-2-furaldehydsemicarbazon, Analytik 301
Nitroglycerin, Analyse 215
6-Nitro-2-hydroxynaphthalin-8-sulfonsäure zum Nachweis von Zinn 286
Nitronaphthalin, Bestimmung 155
Nitrophenetol, Bestimmung 155
Nitrophenole, Bestimmung 187; Bestimmung von p-Nitrophenol 77, 364; Abtrennung von Insecticiden 243
1-(p-Nitrophenyl)-2-dichloracetamidopropandiol-1,3, Bestimmung 297
p-Nitrophenylhydrazin, Sauerstoffgehalt 341
2-Nitroso-1-naphthol, zur Bestimmung von Kobalt 440
α-Nitroso-β-naphthol, Bestimmung 187
o-Nitrosoresorcin-monomethyläther, zur Bestimmung von Eisen 147
Nitrosoverbindungen, Bestimmung mit Chrom(II) 184
4-Nitro-2-sulfanilsäure, Verwendung in der Analyse 106
Nitrotoluole, Analyse 215; Bestimmung 155, 187
Nitroverbindungen, Bestimmung mit Chrom(II) 184; Bestimmung im Urin 155
Nomogramm, zur Berechnung organischer Analysen 124
Nonanal, R_f-Wert 128
n-Nonyl-methylketon, Abtrennung 360
Noradrenalin, Bestimmung 393; im Urin 463
Noradrenalonhydrochlorid, Bestimmung 393
Norephedrin, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Norepinephrin, Bestimmung 393; in Urin 463
Nucleinsäuren, Bestimmung in Gewebskulturen 315
Nucleotide, Trennung an Austauschersäulen 312; Trennung und Bestimmung im Gehirn 313

Obst, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Ochsenleber, Bestimmung biogener Amine 151
Ochsenlunge, Bestimmung biogener Amine 151
Octahydro-2-äthylanthrachinon, Bestimmung 366
Octanal, R_f-Wert 128
n-Octyl-methylketon, Abtrennung 360
Öle, Identifizierung 319; Nachweis der Oxydationsfähigkeit von Speiseöl 78; Bestimmung von Phosphor in Speiseölen 368; von Schwefelkohlenstoff 72; von Gossypol 451
Ölrot O zur Bestimmung der Lipoide im Serum 149
Ölsäure, Bestimmung in Blutserum 147
Ölsäureamid, R_f-Wert 294
Oestradiol-17 β, Abtrennung 307
Oestradiolbenzoat, Bestimmung 307
Oestriol, Abtrennung 307
Oestrogene Hormone, Bestimmung auf Grundlage des Kober-Testes 307
Oestron, Abtrennung 307
Oleylalkohol, Bestimmung in Lippenstiften 78
Omega Chrome Fast Blue 2 G, Metallindicator für ÄDTA-Titrationen 98
Opium-Hauptalkaloide, Trennung und Identifizierung 398
Oranil, Analytik 394
Organe, Bestimmung von biogenen Aminen in tierischen Organen 151
Organische Basen, Trennung stickstoffhaltiger organischer Basen 397
Organische Flüssigkeiten, Bestimmung von Spuren von Schwefel 211
Organische Peroxyde, Bestimmung 125
Organische Säuren, Analytische Verwendungsmöglichkeiten 332; Analyse durch Verteilungschromatographie an Silicagel 38
Organische Sulfide, Trennung und Identifizierung 292
Organische Verbindungen, Trennung von Elementen mit leichtschmelzbaren organischen Stoffen 203; Infrarotspektralanalyse 90; Bestimmung von C und H in pyrophoren und hygroskopischen Verbindungen 121; von C, H, N, O, S und Halogen 121; von N, S und Halogenen 122; von Phosphor 123; Verbrennungsrohr zur Bestimmung von Sauerstoff 123; Bestimmung von Schwefel 288; von Halogenen 124; von Jod und Brom 289; Analyse von Kohlenwasserstoffen in der säurelöslichen Fraktion des Bodens 70; Nachweis schwefel-

haltiger organischer Verbindungen auf Papierchromatogrammen 291; spektralphotometrische Daten giftiger organischer Substanzen 319
Organmaterial, Isolierung von Barbituraten aus verwesendem Organmaterial 320
Ornithin, Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Orotsäure, Bestimmung 198
Orthophosphat Bestimmung in Mischungen 432
Osmium, Abtrennung 199
Oxalat, Bestimmung 45; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Oxalessigsäure-Glutamin, Bestimmung der Serumtransaminase 317
Oxalsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Oxydierfähigkeit, Nachweis in Speiseölen 78

Palladium, Abtrennung 49, 58, 199
Palmitinsäure, Bestimmung 34; in Blutserum 147
Palmitinsäureamid, R_f-Wert 294
Palmsamenfette, Nachweis in Kakaobutter 368
Pankreas, Bestimmung biogener Amine in Schweinepankreas 151
Papaverin, Bestimmung 399; Bestimmung von Brucin neben Papaverin 400
Papaverinhydrochlorid, Titration 19
Papiere, physikalische, chemische und strukturelle Eigenschaften von Filtrierpapieren 41; Bestimmung von Stärke 75
Papierchromatogramme, Aufnahme der Absorptions- und Fluorescenzspektren durch Messung der Reflexion 198
Papierchromatographie, physikalische, chemische und strukturelle Eigenschaften von Filtrierpapieren 41; Durchführung auf mit Ionenaustauscher imprägniertem Papier 41; Densitometer zur direkten Colorimetrie unregelmäßig geformter Flecken 42; Aufnahme der Absorptions- und Fluorescenzspektren durch Messung der Reflexion von Substanzflecken 198; Auswertung von Chromatogrammen aus Impedanzänderungen 197; Transport von Kationen mit rein wäßrigen Laufmitteln 41
Papierelektrophorese, physikalische, chemische und strukturelle Eigenschaften von Filtrierpapieren 41; Auswertungsmethoden für Streifen 199; Anwendung zur Untersuchung von Ionen 182; siehe auch Elektrophorese
Paraffin, Extraktionsmittel zur Trennung von Elementen 203; Bestimmung von Aerosolen in der Atmosphäre von Industriebetrieben 375
Paraoxon, Analyse 242
Parathion Analyse 242; Bestimmung 77
Pastinaköl, Untersuchung 299
Pentaerythrittetranitrat, Analyse 215; Bestimmung 391
Pentahydroxyderivat der Hydroxylphenyl-benzo-γ-pyrone, zum Nachweis der Chinasäure 135
n-Pentan, Abtrennung 40
Pentanal, R_f-Wert 128
2,4-Pentandion, Komplexbildner bei potentiometrischen ÄDTA-Titrationen 200
Pentantriol, Abtrennung von Glycerin 76
Pentathionat, Bestimmung und Abtrennung 435
Pepsin, Bestimmung im Harn 239
Peptide, Mikrobestimmung 234; papierelektrophoretische Untersuchung 228
Perchlorat, Bestimmung von Chlorat in Gegenwart von Perchlorat 410
Perchlorylfluorid, Brennergas in der Flammenphotometrie 38
Perfluorocerosin, Bestimmung 293
Perfluorotributylamin, Bestimmung 293
Peroxydaseaktivität, Nachweis in Hämoglobin 318
Peroxyde, Bestimmung organischer Peroxyde 125
Peroxydischwefelsäure, Bestimmung in Gemischen 277
Peroxydkomplex zur Bestimmung von Cer 52
Peroxydzahl, Bestimmung in Speisefetten 135
Peroxyessigsäure, Bestimmung 277
Peroxyphosphorsäuren, Bestimmung 277
Peroxyschwefelsäure, Bestimmung in Gemischen 277
Peroxyverbindungen, Bestimmung nebeneinander 277
Pervitin, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Petroleumfraktionen, Berechnung der Zusammensetzung aus den Kohlenstoffgerüsten 216
Petroleumprodukte, Bestimmung von Carbonsäuren und schwach basischen Stickstoffverbindungen 71
Pfirsiche, Bestimmung von Insecticidrückständen 139

Pflanzen, flammenphotometrische Calciumbestimmung 441
Pflanzenaschen, Bestimmung von Fe, Cu, Zn und Mn 441
Pflanzenaufnehmbares Bor, Bestimmung im Boden 440
Pflanzenbasen, spektrophotometrische Daten giftiger Pflanzenbasen 319
Pflanzengewebe, Bestimmung von Äthanol und Acetaldehyd 217
Pflanzenmaterial, Erfassung der wesentlichen Zuckerarten 442; Bestimmung von Ascorbinsäure 373; von Vitamin K_1 373
Pflaumen, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
p_H-Wert, Konstanthaltung bei der Bestimmung von Enzymen 238
Pharmaceutica, Bestimmung von Piperazinhydrat 397
Pharmazeutische Präparate, Bestimmung von Vitamin B_1, B_2 und B_6 sowie Nicotinsäureamid in Gemischen 372
Pharmazie, Anwendung der Hestrinschen Reaktion mit Hydroxylamin auf die Bestimmung von Acetylcholin 390
Phenacetin, Bestimmung von Coffein 301
Phenaglicodol, Bestimmung 298
Phenole, Farbreaktionen mehrwertiger Phenole mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 161; Reaktion mit Methylenblau 364; Nachweis 132; Bestimmung 445, 447; colorimetrische Bestimmung 132; photometrische Titration 363; Bestimmung in Isopropylbenzol 447; Bestimmung niedrig siedender Phenole in Tieftemperatur-Steinkohlenteerdestillaten 445; Analyse butylierter Phenole 215; Bestimmung in Urin 155
Phenindamintartrat, R_f-Wert 391
Pheniraminmalat, R_f-Wert 391
Phenol-Formaldehydkondensationsprodukte, Nachweis von Phenylsulfosäure 219
Phenollösungen, Bestimmung von freiem Alkali in Schmelzen aromatischer Sulfonsäuren 448
Phenolsulfonsäuren, Nachweis 219
Phenothiazinderivate, Bestimmung als Reineckate unter Verwendung von Wofatit F als Ionenaustauscher 394
L-Phenylacetylcarbinol, Bestimmung 127
Phenylalanin, Bestimmung 227, 230; Nitrierung und Bestimmung 231; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
L-Phenylalanin, Isolierung aus Proteinhydrolysaten 231
Phenylarsonsäure zur Trennung von Niob und Tantal 56
Phenylbrenztraubensäure, Bestimmung in Urin 223
Phenylendiamine, Verwendung in der Analyse 106
m-Phenylendihydroxyessigsäure zur Bestimmung von Thorium 332
Phenylsalicylat, Bestimmung 364
3-Phenyl-2-thiohydantoine, Bestimmung von 5-substituierten Verbindungen 153
1-Phenylthiosemicarbazid zur Bestimmung von Quecksilber 205
Phloroglucin, Farbreaktion mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 163; Reaktion mit Methylenblau 365
Phosphate, turbidimetrische Bestimmung glasiger Phosphate 210; röntgendiffraktometrische Untersuchung kondensierter Phosphate 55; Identifizierung von Natriumphosphaten mit fokussierender Röngenkamera 197
Phosphatester, Bestimmung in Gewebe und Gewebsextrakten 457
Phosphatide, Abtrennung 312; papierelektrophoretische Trennung 223
Phosphatidphosphor, Bestimmung im Serum 230
Phosphatidyläthanolamin, Abtrennung 223
Phosphatidylserin, Abtrennung 223
Phosphationen, volumetrische Bestimmung neben Calcium- und anderen Metall-Ionen 353
Phosphor, Bestimmung durch Titration mit Bleiacetat 439; Abtrennung mit Ionenaustauschern 287; Bestimmung in organischen Verbindungen 123; in Fett 78; in Speiseölen 368; von Lipoid- und Gesamtphosphor in Eipulver 371; Bestimmung in Stahl und Spezialstählen 384; in Titandioxyd 388; des assimilierbaren Phosphors in Superphosphat 439; Bestimmung in Treibmitteln, die Tritolylphosphat enthalten 450; Bestimmung des Gesamtphosphors im Serum mit Chlorsäure 222; von Phosphatidphosphor im Serum 236; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Phospholipoide, Bestimmung im Serum mit Chlorsäure 222

Phosphormolybdänsäure zur Bestimmung von Brenzcatechin 133
Phosphorsäure, Bestimmung als Zinkammoniumphosphat 432
Phopshorsäureester, Bestimmung in der Hefe 314
Phosphorylase, Nachweis im Schweiß 240
o-Phthalaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Phthalocyanine als Oxydations-Reduktionsindicatoren 1
Phthalsäure, Bestimmung der Methylester im Zigarettenrauch 80
Phthalsäureisomere, Bestimmung in Alkydharzen 449
γ-Picolin, Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
Pikrate von Erdalkalien zur Isolierung von L-Phenylalanin aus Proteinhydrolysaten 231
Pikrinsäure, Bestimmung 187
Pilocarpin, Bestimmung von Brucin neben Pilocarpin 400
Piperazinhydrat, Bestimmung in Pharmazeuticis 397
Piperidin, Bestimmung 397
1-Piperiton, Bestimmung in Eukalyptusölen 300
Piperonal, Bestimmung in Stadtluft 376
Piperonalchlorid zum Nachweis mehrkerniger Kohlenwasserstoffe und Phenole 132
Plasma, Bestimmung von eiweißgebundenem Jod 145; von Fettsäuren im menschlichen Plasma 457; von Proteinen und Peptiden 234; von Glucose 463; von Xanthin- und Harnsäurederivaten 311
Plastische Massen, polarographische Untersuchung 448
Platin, Abtrennung 49, 59, 199
Platinmetalle, Trennung durch Ionenaustausch 58
Plutonium, Reduktion von Plutonium(VI) zu Plutonium(V) 285
Pökelfarbstoff, Bestimmung in Frischfleisch 371
Polyäthylenglykole, Bestimmung in Lippenstiften 78
Polyalkohole, Abtrennung von Glycerin 76
Polymere, Bestimmung in Polyoxymethylenen 359
Polymethacrylatemulsionen, Bestimmung in Kunststoffen 449
Polyoxymethylene, Bestimmung in Formalin 359
Polyphenyle, Trennung isomerer Polyphenyle 296
Polystyrolharze zur chromatographischen Trennung von Aminosäuren 225
Polythionate, Trennung durch Anionenaustauscher 435
Pontachromviolett SW zur Bestimmung von Aluminium 283, 284
Porzellan-Emaille-Fritten, Bestimmung von Fluor 388
Potentiometrie mit ÄDTA 199; Titriergerät für potentiometrische Titrationen bei konstanter Stromstärke 42
Praseodym, Bestimmung 53, 284
Prednisolon, Bestimmung in Tabletten 395, 396
Δ^4-Pregnen-3,20-dion, Infrarotspektrum 94
Δ^5-Pregnen-3 β-ol-20-on, Infrarotspektrum 94
Δ^4-Pregnen-11 β, 17 α, 20 α, 21-tetrol-3-on Trennung aus menschlichem Harn 158
Progesteron, Infrarotspektrum 94; Bestimmung 305, 307
Prolin, Nachweis neben Hydroxyprolin 232; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
Promethium, Bestimmung 284
Propan, Bestimmung 447
Propanal, R_f-Wert 128
Propaphenin, Bestimmung als Reineckat 394
Propionsäure, Identifizierung 374; Bestimmung in Teig- und Backwaren 370; in Weiß- und Roggenbrot 370; R_f-Werte halogenierter und nicht halogenierter Propionsäuren 361
Propionsäure-eisen(III)-hydroxamat-Komplexe, R_f-Wert 299
Propylenglykol, Abtrennung von Glycerin 76; Bestimmung von Schwefelspuren 211
Protactinium, papierchromatographisches Verhalten 53; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54
Proteide, Bestimmung in Milch mittels der Xanthoproteinreaktion 370
Proteine, elektrophoretische Wanderung auf Papier 461; Färbemittel bei der Papierelektrophorese 154; Mikrobestimmung 234; Bestimmung mit Nigrosin 154; elektrophoretische Aufteilung im Serum 461; Bestimmung der Hämolympheproteine in Insektenlarven 462
Proteinhydrolysate, Isolierung von L-Phenylalanin 231
Puffersysteme, Acetat- und Ammonium-Puffersysteme 342

Putrescin, R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Pyrathiazin-HCl, R_f-Wert 391
Pyren, Bestimmung in Ruß und Rauch 445
1-Pyrenaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Pyridin, Bestimmung 397; Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
Pyridin und Pyridinnitrat zur Bestimmung von Seltenen Erden 53
Pyridoxal-5-phosphat, Bestimmung 207
Pyrilaminmalat, R_f-Wert 391
Pyrimidindesoxyriboside, Nachweis 312
Pyrogallol, Reaktion mit Methylenblau 365
Pyrophosphat, Bestimmung in Mischungen 432

Qualitative Analyse, Verwendung von o-Dithiolen 202
Quaterphenyl, Abtrennung 296
Quecksilber, papierchromatographischer Nachweis 41; Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Bestimmung 183, 199; mit 1-Phenylthiosemicarbazid 205; Abtrennung 49, 55, 199; Trennung von Cu, Bi, Cd und Pb 201
Quecksilber(II), Fällung mit Thioacetamid 201; Bestimmung in Gegenwart verschiedener Stoffe 269
Quecksilber(II)-chlorid, Titration mit Kaliumcyanidlösung 52
Quecksilber(II)-nitrat zur Bestimmung von Chloriden 220
Quellwasser, Bestimmung von Zink 50
Quercetin, Reaktion mit Methylenblau 365
Quinquephenyl, Abtrennung 296

Raffinose, Abtrennung 363
Rattengehirn, Bestimmung von Nucleotiden 313
Rauch, Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe 444
Rauwolfia-Alkaloide, Identifizierung 399
Reinstzink, Spektralanalyse 380
Resacetophenon zur Bestimmung von Bor 325
Rescinnamin, Identifizierung 399
Reserpin, Identifizierung 399; Eignung von Cellulosepulver zur Abtrennung von Reserpin 400
Reserpinin, Identifizierung 399
Resorcin, Farbreaktion mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 162; Reaktion mit Methylenblau 365
Rhenium, Abtrennung 49
Rhodium, Abtrennung 59, 199; von Iridium 60, 437
Rhodiumraffinate, Bestimmung von Metallen 66
Riboflavin, Bestimmung 308
Riboflavinylglucosid, Bestimmung 308
Ribonuclease, Mikrobestimmung 317
Ribonucleinsäure, Bestimmung im Untermikrogrammbereich 315
Ricinusöl, Bestimmung in Lippenstiften 78
Rodipal, Bestimmung als Reineckat 394
Röntgenfluorescenzanalyse zur Bestimmung verschiedener Metalle in Erzen und Mineralien 197; zur Bestimmung der Seltenen Erden in Mineralien und Konzentraten 196; zur Bestimmung von Zirkonium in Erzen 197
Röntgenkamera zur Identifizierung von Natriumphosphaten 197
Roggenbrot, Bestimmung von flüchtigen organischen Säuren 370
Roheisen, Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs in Roheisen 64
Rotguß, Bestimmung von Sn, Cu, Pb, Fe und Ni 379
Rotkohl, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Rubidium, Bestimmung 278; in Silicatmineralien 66
Rückstände, Bestimmung von E 605 und Methyl-E 605 218
Ruß, Bestimmung polycyclischer Kohlenwasserstoffe 444
Ruthenium, Abtrennung 59, 199; Isolierung von trägerfreiem Ruthenium 437
Rutin, Reaktion mit Methylenblau 365

Saccharose, Bestimmung 189; Abtrennung 363; Trennung von Turanose 296; Bestimmung in Pflanzen 442
Säugetiergewebe, Bestimmung von Aminosäuren 224
Säulenchromatographie, Trennung von Kationen an der Silicagelsäule 264; Verdrängungsanalyse einer Mischung von Hexan, Chloroform und Benzol an Silicagel 39; Analyse organischer Säuren an Silicagel 38
Säure, Ersatz der Säure durch Wasser in der Vorlage der Kjeldahl-Destillation 28; Bestimmung nichtflüchtiger Säuren im Zigarettenrauch 79
Säure-Base-Titrationen 200; in wäßriger Lösung 43
Säurechromblau, zum Nachweis von Beryllium 49
Salat, Bestimmung von Insecticidrückständen 139

Salol, Bestimmung 449; in Kunststoffen 449
Salicylaldehyd, Reaktion mit Sulfanilyl-n-butylcarbamid 394; Bestimmung 134
Salicylhydroxamsäure zur Trennung von Niob und Tantal 56
Salicylsäure, Identifizierung 374; Bestimmung in Gemischen 365
Salpetersäure, Bestimmung von Flußsäure in roter rauchender Salpetersäure 71
Salpetersäureester, colorimetrische Bestimmung 390
Salpetrige Säure zur Titration primärer aromatischer Amine 365
Salze, Einfluß auf die papierchromatographische Trennung von Zuckern 363; Titration schwacher Basen in Gegenwart großer Salzmengen 43
Samarium, Bestimmung 53, 284
Sarpagin, Identifizierung 399
Sauerstoff, Bestimmung in organischen Verbindungen 121, 336, 337; Bestimmung des Partialdrucks in der Cerebrospinalflüssigkeit 144; Verbrennungsrohr zur Bestimmung in organischen Verbindungen 123
Sauerstoff-18, zur Bestimmung von Glykolen und ähnlichen Verbindungen 447
Scandium, Bestimmung 284
Schilddrüse, Bestimmung jodhaltiger Aminosäuren 462
Schmierstoffe, Identifizierung 319
Schreibmaschinen, Untersuchung der Farbbänder 319
Schwarzlaugen, Bestimmung von Methanol 74
Schwefel, Bestimmung nach der Methylenblaumethode 433; in Wasser und Sedimenten 378; von Mikromengen in Selen 438; in Eisenlegierungen 383; des Gesamtschwefels in Uranerzen 68; Bestimmung in organischen Verbindungen 121, 122, 288, 337; von Spuren in organischen Flüssigkeiten 211
Schwefelhaltige organische Verbindungen, Nachweis auf Papierchromatogrammen 291
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in verschiedenen Ölen 72
Schweinepankreas, Bestimmung biogener Amine 151
Schweiß, Bestimmung von Chloriden 220; Nachweis von Amylase, α-Glucosidase und Phosphorylase 240
Schweißen, Bestimmung von Kieselsäure in beim Schweißen verwendeten Flußmitteln 438
Schweißpulver, Untersuchung 45
Schweres Wasser, Bestimmung in Wasser 62
Schwermetalle, Trennung von Erdalkalimetallen 49; Bestimmung von Quecksilber in Gegenwart von Schwermetallen 269
Scopolaminhydrobromid, Titration 18
Scopolamin-methylbromid, Titration 19
Sebacinsäure-dimethyläther zur Abtrennung von Eisen 204
Sedimente, Bestimmung von Schwefel 378
Seetang, Nachweis von Alginsäure 80
Seifenindustrie, Charakterisierung der verwendeten Carbonsäuren durch Oxydation mit Chromsäure 32
Selen, Einfluß auf die Schwefelbestimmung 433; Bestimmung von Mikromengen Schwefel 438
Selenit, Bestimmung 54
Seltene Erden, Bestimmung nebeneinander 284; Trennung von Thorium 53; Bestimmung in Mineralien und Konzentraten 197; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 333
Semen Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 398
Serin, Bestimmung 227, 230, 459; in Lipoiden 150; im Liquor Cerebrospinalis 223
Serpentin, Identifizierung 399
Serpentinin, Identifizierung 399
Serum, Bestimmung von Natrium 141; von Kalium 453; von Kupfer und Eisen 454; von Calcium 142, 143; von Ammoniumsulfat 144; von Chlorid 220; des Jodgehaltes 146; von Eisen 147; von Glycerin 236; papierchromatographische Trennung der Lipoproteide 149; Bestimmung der Gesamtlipoide im Serum 149; von Phospholipoiden 222; von Cholesterin und Cholesterinestern 156; von Proteinen und Peptiden 234; Abscheidung von β-Lipoprotein in normalen und hyperlipämischem Serum 235; Nachweis kleiner Mengen Thyroxin 304
Serumeiweißfraktionen, Bestimmung des Kohlenhydratanteils 237
Serumproteine, elektrophoretische Aufteilung 461
Serumtransaminase, Bestimmung 317
Sesamöl, Einfluß auf die Bestimmung von Vitamin A und Carotin in Margarine 206

Sexiphenyl, Abtrennung 296
Silber, papierchromatographischer Nachweis 41; Abtrennung 199; Bestimmung neben großen Mengen Kupfer und Nickel 280; Trennung von Blei als Silberisopropenylacetylid 96; Bestimmung in Kupfer- und Bleilegierungen 380
Silber-isopropenyl-acetylid zur Trennung von Silber und Blei 96
Silicagelsäule zur Trennung von Kationen 264
Silicatmineralien, Bestimmung von Rubidium 66
Silicium, Bestimmung in Titan 382; Bestimmung in Titandioxyd 388; spektrographische Bestimmung in Raffinaten 66; in Tetraäthoxysilanen 293
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung von Chlor 288; Bestimmung von Alkoxylgruppen 292
Skeletmuskulatur, Bestimmung von freiem Zucker 238
SNADNS, analytische Reaktionen 105
α-Solanin, Bestimmung 303
Solaninkomplex, Trennung der Glykoalkaloide 303
Solochromviolett RS zur Bestimmung von Aluminium 283, 284
Sonnenblumenblätter, Trennung verschiedener Chlorophylle 442
Sorbinsäure, Identifizierung 374; spektrophotometrische Bestimmung in Margarine 369
Sorbit, Abtrennung von Glycerin 76
Speisefette, Bestimmung der Peroxydzahl 135
Speiseöle, Nachweis der Oxydierbarkeit 78; Halbmikrobestimmung von Phosphor 368
Spektralphotometer, Anwendbarkeit in der Fettindustrie 78
Spermidin, Bestimmung 151; R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Spermin, Bestimmung 151; R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Spezialgläser, Untersuchung 45
Spezialstähle, Bestimmung von Phosphor 384
Spinat, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Spindelöl, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 72
Sprengstoffgemische, Analyse 214
Spurenelemente, Bestimmung im Boden 70; in Steinkohlen 172
Squalen, Bestimmung in Zigarettenrauchkondensaten 80
Stachelbeeren, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Stärke, Bestimmung in Papier 75; in Flotationstrüben 444
Stahl, Kristallform 196; Bestimmung ferromagnetischer Beimengungen in austenitischem Stahl 193; Isolierung der Carbidphase 65; Bestimmung von Gasen 64; von Bor 52; von Bor in hochlegierten Stählen 383; von Kohlenstoff 383; von Blei 401; von Zirkonium 55; von Phosphor 384; von Kobalt 384
Staub, Bestimmung von E 605 und Methyl-E 605 217
Stearinsäure zur Trennung von Elementen 203; Bestimmung 34; in Blutserum 147
Stearinsäureamid, R_f-Wert 294
Steinkohlen, Bestimmung von Spurenelementen 172; Bestimmung und Nachweis verschiedener Metalle 179
Steinkohlenteerdestillate, Bestimmung von leicht flüchtigen Phenolen in Tieftemperatur-Steinkohlenteerdestillaten 445
Sterine, Papierchromatographie 305; Bestimmung im Wollfett 300
Steroide, Nachweis 297; Infrarotanalyse durch Dispersion in Kaliumbromid 304; Papierchromatographie 305; qualitative, quantitative und präparative Papierchromatographie 305
Steroide der Cholesteringruppe, Anfärbung von mit umgekehrten Phasen hergestellten Papierchromatogrammen 157
Steroidhormongemische, Bestimmung in öligen Lösungen 307
Stickoxyde, Bestimmung in der Luft mit Hilfe von Indicatorröhren 61; in Kokereigasen 378
Stickstoff, gaschromatographische Abtrennung 40; Bestimmung nach KJELDAHL mit Hilfe von Wasser anstatt Säure als Vorlage 28; Bestimmung in wasserfreiem Ammoniak 388; in organischen Verbindungen 121, 122, 288; in Nitrocellulose und Nitriersäure 76; Bestimmung von Wasserdampf 61
Stickstoffmonoxyd, gaschromatographische Abtrennung 40
Stickstoffverbindungen, Bestimmung schwach basischer Stickstoffverbindungen in Petroleumprodukten 71
Stoffwechselprodukte, spektrophotometrische Daten giftiger Stoffwechselprodukte 319

Strontium, Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Abtrennung 49; Bestimmung in Erzen und Mineralien 197; in Kohlen 179
Strontium-89 und -90, Bestimmung in Wasser 62
Strontiumchlorid, Titration 23
Strychnin, Bestimmung in Semen Strychni 398; Bestimmung von Brucin neben Strychnin 400
Styrol, Bestimmung 448
Succinat, Bestimmung in Gewebe und Gewebsextrakten 457
Sulfanilamid, Verwendung in der Analyse 106
Sulfanilsäuren, Verwendung in der Analyse 106; diazotierte Sulfanilsäure zum Nachweis der Sympathicomimetica 392
Sulfanilyl-n-butylcarbamid, Analytik 394
Sulfat, Bestimmung und Abtrennung 434; unter Anwendung von Zirkonium- und Thoriumkomplexen 434; Bestimmung in Uranerzen 68
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in Geweben 220
Sulfid, Bestimmung und Abtrennung 434; Bestimmung geringer Mengen 433
Sulfit, Bestimmung und Abtrennung 434
Sulfitlaugen, Bestimmung reduzierender Zucker 73
Sulfonsäuren, Bestimmung von freiem Alkali in Schmelzen von aromatischen Sulfonsäuren 448
Sulfosalicylat, Komplexbildner bei ÄDTA-Titrationen 200
Superphosphat, Bestimmung des assimilierbaren Phosphors 439
Suprifen, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Sympathicomimetica, Nachweis auf Papierchromatogrammen 392; papierchromatographische Trennung 392
Sympatol, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Synthesegas, Bestimmung von Methan 72

Tabletten, Bestimmung von Prednisolon 395, 396
Tannin, Bestimmung in Drogen 365
Tantal, Bestimmung 199; Trennung von Niob 56; Bestimmung in Erzen und Mineralien 197; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 56; Bestimmung von Wasserstoff 383
Tapiokawurzelmehl, mikroskopischer Nachweis 216
Tartrat, Bestimmung 45
Tartrazin, Bestimmung 187
Taurin, Bestimmung 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Teerdestillate, Bestimmung von niedrig siedenden Phenolen 445
Teerfarbstoffe, Nachweis in Wein 367
Teersäuren, Bestimmung von substituierten Brenzcatechinen 364
Teigwaren, Nachweis flüchtiger aliphatischer Carbonsäuren in Teigwaren 369
Tellur, Einfluß auf die Schwefelbestimmung 433
Tellurit, Bestimmung 54
Terbium, Bestimmung 284
Terphenyl, Abtrennung 296
Tetraäthoxysilane zur Bestimmung von Silicium 293; Bestimmung der Alkoxylgruppen 292
Tetrachloräthan, Bestimmung in der Luft 375
Tetradecanal, R_f-Wert 128
Tetrahalogenophthalate, zur Trennung von Xylolen 363
Tetrahydro-2-äthylanthrachinon, Bestimmung 366
Tetrahydronaphthalinhydroperoxyd, Bestimmung 125
L-Tetrajodthyroessigsäure, Bestimmung 304
Tetraphenyloborate, zur Bestimmung von K, Rb und Cs 278
Tetraphenyloboration, Bestimmung 283
Tetraphenyloboratsalze, Bestimmung 283
Tetrathionat, Bestimmung und Abtrennung 435
Thallium, Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Untersuchung 106; Abtrennung 199
Thebain, Bestimmung 399
Theobromin, Titration 19
Theophyllin, Titration 19
Thiamin, Bestimmung 137; Einwirkung schwefliger Säure auf die Spaltprodukte 138
Thiantan, Bestimmung als Reineckat 394
Thiocetamid, Darstellung im Laboratorium 201; Anwendung in der Analyse 201; zur Bestimmung von Cu, Zn, und Ni 280
Thiochrom, Bestimmung 199
Thioharnstoff, Trennung von Thiouracil 352; Sauerstoff-„wert" 341
Thionalid, Sauerstoff-„wert" 341

Thionin zur Bestimmung von Ascorbinsäure 372
Thiooxin, analytische Anwendung 45
Thiophosphorsäureester, Beiträge zur Analyse 241
Thiophosphorsäuren zur Abtrennung von Cadmium 51
Thiosemicarbazide, Anwendungen in der Analyse 205; zur Bestimmung von Quecksilber 205
Thiosemicarbazidkomplex des Kupfers, polarographisches Verhalten 47
Thiosulfat, Bestimmung und Abtrennung 434
Thiouracil, Trennung von Thioharnstoff 352
Thonzylamin-HCl, R_f-Wert 391
Thorium, R_f-Wert 54; Untersuchung 106; Bestimmung 199; mit m-Phenylendihydroxyessigsäure 332; Trennung von den Seltenen Erden 53; von Eisen(III) und Cer(III) 42; von Eisen(III) und Uran 42; Bestimmung in Erzen und Mineralien 197; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Thoriumkomplexe bei der Bestimmung von Sulfationen 434
Threonin, Bestimmung 227, 230; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
D,L-Threonin, R_f-Wert 226
Thujon, Bestimmung 299
Thulium, Bestimmung 284
Thunfisch, Bestimmung von Kupfer 137
Thymidin, Nachweis 312
Thymidylsäure, Nachweis 312
Thyronine, Trennung jodierter Thyronine von Mono- und Dijodtyrosin 460
Thyroxin, Bestimmung 304; Nachweis kleiner Mengen im Serum 304
Thyroxinpräparate, Untersuchung 304
Tierisches Gewebe, Untersuchung der Aminosäuren an sulfoniertem Polystyrolharz 225; Bestimmung von Desoxyribonucleinsäure 316; siehe auch Gewebe
Tinte, Untersuchung 319
Titan, Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Untersuchung 106; Bestimmung 200; Trennung von Eisen und Aluminium 42; Bestimmung in Kohlen 179; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 56; Bestimmung von Legierungsbestandteilen 381; von Kobalt in Titan 210
Titan(IV), Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 333
Titandioxyd, Bestimmung von Silicium und Phosphor 388
Titrationen, Säure-Base-Titrationen 200; Säure-Base-Titrationen in Acetanhydrid 16
p-Toluidin, Bestimmung 200
Toluol, papierchromatographische Analyse der bei der Nitrierung entstehenden Stoffgemische 213; Bestimmung in Nagellacken 452; Bestimmung von Schwefelspuren 211
Toluol-3,4-dithiol, Anwendung in der Analyse 202
p-Toluolsulfochloramid, Bestimmung 164
Toluylsäuren, Abtrennung 134
Tomatenfrucht, Untersuchung des Äthylenstoffwechsels 303
Torulopsis utilis, Bestimmung von Phosphorsäureester 314
Toxikologie siehe Fronsische Chemie
Tränenflüssigkeit, Bestimmung des Jodgehaltes 146
Treibmittel, Bestimmung von Äthylcentralit und Diphenylamin 449
Treibstoffe, Bestimmung von Phosphor in Treibstoffen, die Tritolylphosphat enthalten 450
Triäthanolamin, Titration in Gegenwart großer Salzmengen 43
1,3,5-Triäthylbenzol, Identifizierung 296
Tributylphosphat, Bestimmung in organischen Lösungsmitteln 212
Tricarbonsäuren der Benzolreihe, Abtrennung 134
Trichloräthanol, Bestimmung 360
Trichloressigsäure, Bestimmung 360
2,4,6-Trichlorphenol, Bestimmung 364
Tridecanal, R_f-Wert 128
Triglyceride, Bestimmung 451
L-Trijodthyroessigsäure, Bestimmung 304
L-Trijodthyronin, Bestimmung 304
Trimellithsäure, Abtrennung 134
1,2,3-Trimercaptopropan, Trennung von Dimercaptol 389
Trimesinsäure, Abtrennung 134
2,3,6-Trimethoxyfluorenon, Bestimmung 198
Trimethylendiamin, R_f-Wert 152; Abtrennung 151
Trinitrobenzol, Nachweis in Dinitrotoluol 214
Trinitroglycerin, Bestimmung 391
Trinitrotoluol, Analyse 215; Nachweis von Verunreinigungen 214; Nachweis in Dinitrotoluol 214
Trinkwasser, Bestimmung von Zink 50

Triose-Isomerase, Nachweis bei Grünalgen 159
Tripelenamin-HCl, R_f-Wert 391
Triphosphat, Bestimmung in Mischungen 432
Triphosphatide, Abtrennung 312
Trithionat, Bestimmung und Abtrennung 435
Trithione, papierchromatographische Trennung 130
Tritolylphosphat, Bestimmung von Phosphor 450
Trüben, Bestimmung von Stärke in Flotationstrüben 444
Tryptophan, Bestimmung 230; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
D,L-Tryptophan, Bestimmung 198
Turanose, Trennung von Saccharose 296
Tyramin, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Tyrosin, Bestimmung 227, 230; turbidimetrische Bestimmung 459; Bestimmung im Liquor Cerebrospinalis 223
L-Tyrosin, R_f-Wert 226

Ultran, Bestimmung 298
Umschlagstropfen, Fehler in der Maßanalyse 321
Undecanal, R_f-Wert 128
Uran, Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; colorimetrische Mikrobestimmung 285; Trennung von Thorium und Eisen(III) 42; Bestimmung in Meerwasser 63; in Erzen und Mineralien 197; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; Bestimmung von Wasserstoff 383
Uran(IV), Reaktion mit Eisen(III) 285; Titration mit Vanadat 1
Uran(VI), Bestimmung 54, 200; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 333
Uranerze, Bestimmung des Gesamtschwefels 68; von Sulfat 68
Uranoxyd, Bestimmung von Cd, Ge, In, Ga, Au, Sb und Pb 68
Uranspaltung, Isolierung von trägerfreiem Ruthenium aus Spaltprodukten 437
Uranyl, papierchromatographischer Nachweis 41
Uridindiphosphatacetylglucosamin, Bestimmung und Abtrennung 312, 313
Uridindiphosphatglucose, Bestimmung und Abtrennung 312, 313
Uridinphosphate, Bestimmung 313
Uridinphosphatide, Abtrennung 312
Uridintriphosphat, Bestimmung 313
Urin, Bestimmung von Caesium-137 366; von Calcium 143; von Harnstoff, Kreatinin und Harnsäure 150; von Xanthin- und Harnsäurederivaten 312; von Aminosäuren, 224; der Aminosäuren an sulfoniertem Polystyrolharz 225; von Aminosäuren in Kinderurin 229; enzymatische Bestimmung von L-Histidin 460; colorimetrische Bestimmung von Eiweiß 235; Bestimmung von Inulin 463; von aromatischen Substanzen 148; flüchtiger Phenole 155; von Nitroverbindungen 155; von Phenylbrenztraubensäure 223; von Adrenalin 303; von Kynuren- und Xanthurensäure 311; von Catechinaminen 463; von Lipase 318; siehe auch Harn
Urotropin, Verwendung in der quantitativen Analyse 44
Urtitersubstanzen, Natriumhydrogendiglykolat als alkalimetrische Urtitersubstanz 204

Valamin, papierchromatographisches Verhalten 298
n-Valeriansäureeisen(III)-hydroxamat-Komplexe, R_f-Wert 299
Valin, Bestimmung 227, 230; im Liquor Cerebrospinalis 223
Vanadat, zur Titration von Eisen(II), Uran(IV) und Molybdän(V) 1; Titration 44
Vanadium, Untersuchung 106; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; photometrische Bestimmung mit Brenzcatechin 81; Titration 44; Bestimmung in Titan 382; in Kohlen 179
Vanadium(V), Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283
Vanillin, Bestimmung in Stadtluft 376
Vanillinsäure, Bestimmung im Urin 148
Vanillin-Salzsäurereagens zur Bestimmung von D-Catechin 135
Vaseline, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 72
Veritol, R_f-Wert und Farbreaktion 392
Verteilungssysteme, Eisen(III)-verbindungen in chloridhaltigen Verteilungssystemen 110
Verunreinigungen, Analyse in der Luft 61
Viscosespinnflüssigkeiten, Bestimmung von Zink 448
Vitamin A, Bestimmung 78; in Margarine 206
Vitamin B, Bestimmung 207
Vitamin B_1, Bestimmung 137; polarographische Bestimmung 372

Vitamin B_1, B_2 und B_6, Bestimmung 372
Vitamin D, Bestimmung in bestrahlten Hefen und öligen Lösungen von bestrahltem Ergosterin 208; im Blutserum 308
Vitamin K_1, empfindliche und stabile Farbreaktion 139; Bestimmung in pflanzlichem Material 373
Vitamine, mikrobiologische Analytik 207

Wachse, Bestimmung in Lippenstiften 78
Wägebüretten 104
Wärmeempfindliches Material, Bestimmung der Feuchtigkeit 75
Warburg-Gefäße, Eichung 140
Waschaktive Bestandteile, Bestimmung in Haarwaschmitteln 452
Waschmittel, Analyse von Haarwaschmitteln 452
Wasser, zum Ersatz der Säure in der Vorlage bei der Kjeldahl-Destillation 28; Bestimmung in anorganischen Düngesalzen 271; von Spuren in Erdölfraktionen 445; Bestimmung von Deuteriumoxyden 62; der Aktivität von radioaktivem Caesium 278; von Strontiumisotopen 62; von Zink 50; von Uran in Meerwasser 63; von Nitrit neben Nitrat in Wasser 258 von Nitraten 254; von Schwefel 378; von Phenolen 133; siehe auch Feuchtigkeit sowie Trinkwasser
Wasserdampf, Bestimmung in Stickstoff 61; im Stahl 64
Wasserstoff, Brennergas in der Flammenphotometrie 38; Bestimmung in organischen Verbindungen 121, 288; in hygroskopischen und pyrophoren Verbindungen 121; in Tantal, Niob und Uran 383; im Stahl 64
Wasserstoffperoxyd, Bestimmung in Gemischen 277
Wasserstoffverbindungen, Bestimmung von Deuterium 46
Wein, Bestimmung von Kalium 367; Nachweis von Teerfarbstoffen 367
Weinsäure, Bestimmung 39
Weißbrot, Bestimmung von flüchtigen organischen Säuren 370
Weißkohl, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
White spirit, Bestimmung von Schwefelspuren 211
Wirsingkohl, Bestimmung von Insecticidrückständen 139
Wismut, papierchromatographischer Nachweis 41; Untersuchung 106; Titration 50; Abtrennung 49, 55, 199; mit Ionenaustauschern 287; Trennung von Quecksilber 201; von Blei 201; Bestimmung in Reinstzink 380; in Kohlen 179; Einfluß auf die Schwefelbestimmung 433; Bestimmung von Kobalt 210
Wismutnitrat zur Bestimmung von Phosphat 439
Wofatit F, zur Reinigung von Phenothiazinderivaten zur Analyse 394
Wolfram, Bestimmung 200; gravimetrische Bestimmung 57; Bestimmung in Titan 382; in Molybdänprodukten 211; Einfluß auf die Molybdänbestimmung 56
Wolframerze, Bestimmung von Calcium 386
Wolle, Untersuchung mit Azoverbindungen der Chromotropsäure 106
Wollfarbstoffe, papierchromatographische Untersuchung saurer Wollfarbstoffe 215
Wollfett, Bestimmung von Sterinen 300
Wurzelspitzen, Bestimmung von Desoxyribonucleinsäure vor und nach Kälteeinwirkung 316

Xanthanwasserstoff, Farbreaktion mit Vitamin K_1 139
Xanthinderivate, Bestimmung in Plasma 311; im Urin 312
Xanthophylle, Abtrennung 442
Xanthoproteinreaktion zur Bestimmung der Milchproteide 370
Xanthopterin, Bestimmung 199
Xanthurensäure, Bestimmung in menschlichem Urin 311
Xylenolorange, Indicator bei Trennungen von Metallen 48
Xylocainhydrochlorid, Titration 18
Xylol, Bestimmung in Nagellacken 452
Xylole, Bestimmung 445; Trennung der Isomeren mit Hilfe von Tetrahalogenophthalaten als stationärer Phase 363
Xylose, Abtrennung 363

Yohimbin, Identifizierung 399; Bestimmung von Brucin neben Yohimbin 400
Yohimbinhydrochlorid, Titration 19
Ytterbium, Bestimmung 53, 284
Yttrium, Bestimmung 53, 284; in Erzen und Mineralien 197

Zahnpflegemittel, Untersuchung 79
Zigarettenrauch, Bestimmung nichtflüchtiger Säuren 79

Zigarettenrauchkondensat, Bestimmung von Squalen 80
Zimtaldehyd, Bestimmung in Stadtluft 376
Zimtsäure, zur Trennung von Elementen 203
Zink, Nachweis mittels Chinolinverbindungen 203; Bestimmung 199, 280; mit Diantipyrylmethylmethan 50; Titration 50; Bestimmung mit Hexacyanoferrat(II)-lösung 282; Abtrennung 57; an der Silicagelsäule 266; Trennung von Kupfer 48; von Cadmium 51, 281; Bestimmung in Erzen und Anreicherungsprodukten 67; im Boden 70; in Nickelelektrolyten 438; in Kohlen 179; in Pflanzenaschen 441; in Viscosespinnflüssigkeiten 448; in biologischem Material 219; in tierischem Gewebe 453; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Thoriumbestimmung 334; auf die Schwefelbestimmung 433; auf die Kobaltbestimmung 14; Bestimmung von Indium 381
Zinkammoniumphosphat zur Bestimmung von Phosphorsäure 432
Zinkdithiol zur Bestimmung von Kobalt und Nickel 287
Zinkdithizonat, Extraktion mit verschiedenen Lösungsmitteln 281
Zinklegierungen, Bestimmung von Indium 381
Zinn, Reagens zum fluorimetrischen Nachweis 286; Bestimmung 199; in Reinstzink 380; in Rotguß und Bronzen 379; in Raffinaten 66; in Kohlen 179; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Schwefelbestimmung 433; Bestimmung von Kupfer 287
Zirkonium, Untersuchung 106; Bestimmung 200; Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Acidität des Laufmittels 54; Trennung von Aluminium 42; Bestimmung in Erzen 197; in Erzen und Mineralien 197; Einfluß auf die Aluminiumbestimmung 283; auf die Molybdänbestimmung 56; Bestimmung von Eisen 382
Zirkoniumkomplexe bei der Bestimmung von Sulfationen 434
Zirkoniumoxychlorid, Bestimmung von Eisen 382
Zucker, Einfluß anorganischer Salze auf die papierchromatographische Trennung 363; elektrometrische Bestimmung 136; Bestimmung reduzierender Zucker in Holzhydrolysaten und Sulfitlaugen 73; in der Skeletmuskulatur von Kabeljau 238
Zuckerarten, Erfassung in pflanzlichem Material 442
Zuckerprodukte, Bestimmung von Calcium 137